(19) 世界知的所有権機関 国際事務局



- | 1886 | 1866 | 1866 | 1866 | 1866 | 1866 | 1866 | 1866 | 1866 | 1866 | 1866 | 1866 | 1866 | 1866 | 1866 | 1

(43) 国際公開日 2005 年10 月6 日 (06.10.2005)

PCT

(10) 国際公開番号 WO 2005/092791 A1

(51) 国際特許分類⁷: C01B 33/02, H01L 31/04

(21) 国際出願番号: PCT/JP2005/006549

(22) 国際出願日: 2005年3月29日(29.03.2005)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

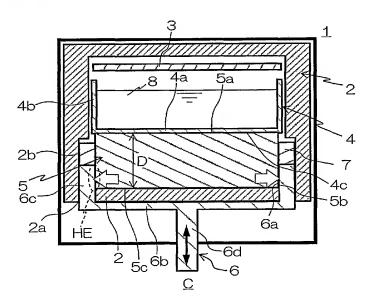
(30) 優先権データ: 特願2004-093936 2004年3月29日(29.03.2004)

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 京セラ株式会社 (KYOCERA CORPORATION) [JP/JP]; 〒6128501 京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町 6 番地 Kyoto (JP).

- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 坂井洋平(SAKAI, Youhei) [JP/JP]; 〒5278555 滋賀県東近江市蛇溝町長 谷野1166番地の6京セラ株式会社滋賀八日市工 場内 Shiga (JP).
- (74) 代理人: 稲岡 耕作, 外(INAOKA, Kosaku et al.); 〒 5410054 大阪府大阪市中央区南本町2丁目6番12号 サンマリオンNBFタワー21階 あい特許事務所内 Osaka (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS,

/続葉有/

- (54) Title: SILICON CASTING DEVICE AND MULTICRYSTAL SILICON INGOT PRODUCING METHOD
- (54) 発明の名称: シリコン鋳造装置および多結晶シリコンインゴットの製造方法



(57) Abstract: A silicon casting device for producing multicrystal silicon ingots by heating a silicon melt (8) held in a mold (4) from above by a heater (3) and cooling it from below while changing the heat exchange area of a heat exchange region (HE), defined between a pedestal (5) having the mold (4) placed thereon and a bottom cooling member (6), in such a manner as to keep pace with the rise of the solid-liquid interface of the silicon melt (8), thereby causing unidirectional solidification upward along the mold (4); and a multicrystal silicon producing method using such device. According to this production method, the temperature gradient given to the silicon melt (8) can be maintained at constant by adjusting the heat exchange area, so that multicrystal silicon ingots having good characteristics can be produced with good reproducibility.

(57) 要約: 鋳型4の内部に保持したシリコン融液8を、ヒータ3によって上方から加熱すると共に、シリコン融液8の固液界面の上昇に合わせて、鋳型4を載置した台座5と、底面冷却部材6との間に構成される熱交換領域HEの熱交換面積を

LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU,

IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

一 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される 各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語 のガイダンスノート」を参照。

1

明細書

シリコン鋳造装置および多結晶シリコンインゴットの製造方法

技術分野

10

15

20

25

30

5 本発明は、太陽電池用シリコン基板等に用いられる多結晶シリコンインゴットを製造するためのシリコン鋳造装置と、多結晶シリコンインゴットの製造方法に関するものである。 背景技術

アメリカのPVNews紙によれば、2003年の、全世界における太陽電池の生産量は、その発電出力の総量に換算して744MWであり、過去10年間で12倍に増加している。この生産量の急激な伸びは、環境問題への関心の高まりによるもので、それを牽引しているのが、全世界の太陽電池の生産量の90%近くを占める結晶シリコン型太陽電池、特に、生産量の60%を超え、今日、最も多く生産されている、キャスト(鋳込み)法によって製造される多結晶シリコンインゴットを使用した多結晶シリコン太陽電池である。

多結晶シリコン太陽電池としては、より低コストで、かつ高い変換効率を持つ高品質の 製品が求められる。そして、多結晶シリコン太陽電池の変換効率や生産コストは、使用す る多結晶シリコンインゴットに大きく依存することから、多結晶シリコンインゴットの、 更なる高品質化と低コスト化とが重要な課題となっている。

多結晶シリコンインゴットの品質は、太陽電池内において、キャリア寿命やキャリア移動度を短縮させて、太陽電池のエネルギー変換効率を低下させる要因となる、結晶粒界の数 (面積)や粒界の性質、あるいは結晶粒内の配向性や欠陥密度等に大きく左右される。そのため、多結晶シリコンを用いた太陽電池のエネルギー変換効率を向上させるためには、これらの項目についての幅広い研究と、製造技術の確立とが必要である。

多結晶シリコンインゴットは、シリコンを加熱して溶融させたシリコン融液を鋳型内に注ぐか、または、シリコン原料を鋳型内に入れて加熱することで溶融させてシリコン融液とした後、鋳型の上部を保温あるいは加熱しながら、鋳型の底板を冷却して、鋳型内のシリコン融液に、底板側から上方へ向けて正の温度勾配を付与することで、当該シリコン融液を、一方向凝固させて製造するのが一般的である。

こうして得られる多結晶シリコンインゴットは、欠陥や不純物の多いインゴットの側面 部や底面部、凝固偏析現象によって不純物が濃化しているインゴットの頭部の組織を、通 常は、厚み数mm以上に亘って切断して除去した後、マルチワイヤーソー等を用いて厚み

20

25

方向に薄くスライスすることで、太陽電池用の多結晶シリコン基板に加工される。

図12A、図12Bは、日本国特許公告公報JP04-068276B (1992) に記載された、上記一方向凝固の手法によって多結晶シリコンインゴットを製造するための、従来のシリコン鋳造装置の一例を示す縦断面図である。

5 両図を参照して、この例のシリコン鋳造装置は、底部が開口21aによって開放された 炉21を備えている。炉21の、開口21aの部分には、昇降可能な水冷チルプレート26が配されていると共に、この水冷チルプレート26の外周縁と、開口21aの内周面と の隙間には、水冷チルプレート26とは別個に開口21a内を昇降可能な、筒状の断熱体27が設けられている。また、断熱体27の上端には、底板24aと、この底板24aの 間縁から上方に立ち上げた側板24bとを備え、内部にシリコン融液22を保持するための鋳型24が、断熱体27と共に昇降可能な状態で配設されている。

上記のシリコン鋳造装置を用いて、多結晶シリコンインゴットを製造するためには、まず、図12Aに示すように、内部にシリコン融液22を保持した鋳型24を、所定の温度に加熱した炉21内の上昇位置に配置する。この際、水冷チルプレート26は下降させて、鋳型24の底面から離間させた状態とする。

次に、図12Bに示すように、内部に冷却水25を通して冷却しながら、水冷チルプレート26を上昇させて、鋳型24の底面に当接させることで、鋳型24の底板24a側を冷却する。そして、鋳型24と、水冷チルプレート26と、断熱体27とを徐々に下降させて、開口21aを通して、炉21の外方へ徐々に引き出して行くと、炉21内は、前記のように所定の温度に加熱されているため、鋳型24内のシリコン融液22に温度勾配が生じて、当該シリコン融液22が一方向凝固されることで、多結晶シリコンインゴットが鋳造される。

上記のシリコン鋳造装置において、冷却初期の段階で、シリコン融液22の固液界面は、水冷チルプレート26に近い、鋳型24の底板24aの近傍に存在するため、凝固速度が大きいが、凝固が進行して固液界面が上昇するほど、固層の厚みに起因する熱抵抗が増加して、水冷チルプレート26による抜熱量が低下する結果、凝固速度が小さくなる傾向にある。そこで、先の文献には、鋳型24と水冷チルプレート26と断熱体27とを下降させて、炉21の外に引き出す際の速度と、炉21の加熱温度との組み合わせによって、凝固速度を制御することが記載されている。

30 しかし、上記のシリコン鋳造装置においては、水冷チルプレート26の冷却能力が一定

15

20

であるため、たとえ、上記のように、鋳型24を炉21の外に引き出す速度や、炉21の加熱温度を調整したとしても、凝固初期から完全凝固に至るまでの間、温度勾配を一定の範囲内で安定に維持して、シリコン融液をほぼ一定の速度で凝固させながら、シリコンを結晶成長させることは難しい。そのため、結晶粒径や結晶粒界の数、粒界の性質、結晶粒内の配向性、欠陥密度等が、厚み方向にほぼ均一な多結晶シリコンインゴット(これは、すなわち、厚み方向にスライスすることで、各種の特性が等しい多結晶シリコン基板を、できるだけ数多く生産できる多結晶シリコンインゴットである)を、再現性よく製造できないという問題がある。

図13は、日本国特許公開公報JP2002-293526Aに記載された、前記一方 10 向凝固の手法によって多結晶シリコンインゴットを製造するための、従来のシリコン鋳造 装置の他の例を示す縦断面図である。

図13を参照して、この例のシリコン鋳造装置は、加熱機構としてのヒータ34を有する上部室(炉)31と、冷却水42によって冷却される冷却板41を有する下部室32とを、断熱材からなる障壁33で仕切り、かつ、障壁33に設けた連通口35で繋ぐと共に、

底板38aと、この底板38aの周縁から上方に立ち上げた側板38bとを備え、内部に シリコン融液39を保持するための鋳型38を、上部室31内に、昇降機37によって昇 降させることで、連通口35を通過可能に設けたものである。

鋳型38は、図13に示す上昇位置において、連通口35を閉じると共に、置き台36と冷却板41との間を断熱するための断熱材40と、図示しない下降位置において、冷却板41と対向して、鋳型38を冷却板41と熱的に繋いで冷却(抜熱)するための置き台36とを、昇降機37上に、この順に積層した上に配設されている。

上記のシリコン鋳造装置を用いて多結晶シリコンインゴットを製造するためには、まず、図13に示すように、内部にシリコン融液39を保持した鋳型38を、所定の温度に加熱した上部室31内の上昇位置に配置する。

25 次に、昇降機37を作動させて鋳型38、置き台36および断熱材40を下降させて、 置き台36と冷却板41とを対向させることで、鋳型38の底板38a側を冷却する。そ うすると、上部室31内は、上記のように所定の温度に加熱されていることから、鋳型3 8内のシリコン融液39に温度勾配が生じ、当該シリコン融液39が一方向凝固されることで、多結晶シリコンインゴットが鋳造される。

30 しかし、上記のシリコン鋳造装置においては、多結晶シリコンインゴットの品質を左右

4

するシリコン融液39の冷却、固化時に、上記のように鋳型38を下降させているため、 当該鋳型38とヒータ34との距離や、ヒータ34のある上部室31に対する、鋳型38 の挿入量が変動することによって、鋳型38への熱の出入りが変動しやすい。特に、上部 室31内を、Ar等の不活性ガスによる減圧雰囲気とした場合、ヒータ34からの熱の大 半は、放射によって鋳型38に伝わることになるため、両者の距離が変化することで、ヒ ータ34から鋳型38への入熱量が大きく変動してしまう。

5

10

15

20

25

30

そのため、上記のシリコン鋳造装置においても、凝固初期から完全凝固に至るまでの間、 温度勾配を安定に維持することが難しく、結晶粒径や結晶粒界の数、粒界の性質、結晶粒 内の配向性、欠陥密度等が、厚み方向にほぼ均一な多結晶シリコンインゴットを、再現性 よく製造することができない。

また、近年、一方向凝固の手法によって多結晶シリコンインゴットを製造するに際し、 日本国特許公開公報JP2001-10810Aに記載されているように、炉内にノズル を設け、このノズルを通して、シリコン融液の表面に、Ar等の不活性ガスを吹き付ける ことで、シリコン融液に、熱対流によるかく拌を誘発して、固液界面の金属不純物の濃化 を抑制しながら、分配係数が小さい金属不純物をインゴット上部に精製して行って、イン ゴット内部の不純物元素の量を低減する一方向凝固精製方法が行われる。

ところが、前記2つの例のように、鋳型が、炉に対して昇降する場合には、鋳型内のシリコン融液の液面と、ノズル先端との距離が変化すると共に、不活性ガスの滞留状態が変動するため、上で説明した一方向凝固精製方法を、スムースかつ均一に行うことができないという問題がある。

日本国特許公開公報JP09-71497A(1997)には、鋳型を載置する台座を加熱炉に対して固定した状態で、冷却水によって冷却することで、台座を介して鋳型の底板を冷却するようにしたシリコン鋳造装置が記載されている。また、上記の文献には、シリコン融液の凝固初期に、台座に供給する冷却水量を抑制することによって、鋳型からの抜熱量を抑制し、凝固の進行と共に冷却水量を徐々に増加させて、鋳型からの抜熱量を増加させることで、凝固初期から完全凝固に至るまでの間の温度勾配を安定に維持することが記載されている。

しかし、冷却水量の変化によってもたらされる、抜熱量を調整する効果は十分ではない。 発明者の検討によると、高温の鋳型からの抜熱量は、鋳型と冷却機構との間の温度差と、 熱交換が行われる面積(熱交換面積)の大きさに比例し、特に、後者の、熱交換面積の大 きさにより多くを依存している。しかし、上記の文献では、冷却水量を増減させることで、 鋳型と冷却機構との間の温度差を変化させているだけで、熱交換が行われる面積について は一定である。しかも、冷却水量の変化によってもたらされる冷却機構の温度変化量は、 1414℃以上という高温であるシリコン融液の温度に比べるとごく小さな変化に過ぎない。

そのため、上記文献に記載のシリコン鋳造装置を用いても、抜熱量を十分に制御することができないため、凝固初期から完全凝固に至るまでの間、温度勾配を安定に維持することは難しく、結晶粒径や結晶粒界の数、粒界の性質、結晶粒内の配向性、欠陥密度等が厚み方向にほぼ均一な多結晶シリコンインゴットを、再現性よく製造することができないのである。

発明の開示

5

10

15

30

本発明の目的は、より高品質な多結晶シリコンインゴットを、再現性よく、できるだけ コスト安価に製造することができるシリコン鋳造装置と、多結晶シリコンインゴットの製 造方法とを提供することにある。

上記の目的を達成するための、本発明のシリコン鋳造装置は、底板と、この底板の周縁から上方に立ち上げた側板とを備え、内部にシリコン融液を保持するための鋳型と、

鋳型の上方に配設される加熱機構と、

鋳型の下方に配設される冷却機構と、

20 を具備し、加熱機構による加熱と冷却機構による冷却とによって、鋳型内のシリコン融液 に温度勾配を生じさせることで、当該シリコン融液を、鋳型の底板側から上方へ一方向凝 固させるためのシリコン鋳造装置であって、

鋳型と加熱機構とは、距離が一定に維持された状態で配設され、

冷却機構は、鋳型の底板の下面である底面を冷却するための底面冷却部材を備え、

- 25 底面冷却部材は、
 - (1) 鋳型の底面、または、
 - (2) 鋳型が、その底面を、載置面に接触させた状態で載置される台座の、載置面以外の面、である放熱面に対向して配設されて、当該放熱面と共に熱交換領域を構成する受熱面を有すると共に、対向する放熱面と受熱面との間の熱交換面積を変化させるため、鋳型または台座に対して相対移動されることを特徴とするものである。

20

25

本発明においては、鋳型と加熱機構とを、距離が一定に維持された状態で配設しているため、上記距離が変動することに伴う、加熱機構から鋳型への入熱量の変動を抑制することができる。また、冷却機構の底面冷却部材を、鋳型等に対して相対移動させることで、当該底面冷却部材に設けた受熱面と、鋳型の底面等に設けた放熱面との間に構成される熱交換領域の熱交換面積を変化させているため、冷却機構による鋳型からの抜熱量を、十分に良好に制御することもできる。したがって、本発明によれば、凝固初期から完全凝固に至るまでの間、温度勾配を一定の範囲内で安定に維持して、シリコン融液をほぼ一定の速度で凝固させながら、シリコンを結晶成長させることができるため、結晶粒径や結晶粒界の数、粒界の性質、結晶粒内の配向性、欠陥密度等が厚み方向にほぼ均一で、より高品質な多結晶シリコンインゴットを、再現性よく、できるだけコスト安価に製造することが可能となる。

なお、鋳型と加熱機構との距離を一定に維持するのは、少なくとも、一方向凝固によって多結晶シリコンインゴットを製造する工程の間であればよい。それ以外の、例えば、シリコン原料を鋳型内に収容する際や、製造した多結晶シリコンインゴットを鋳型内から取り出す際には、その作業性を向上するために、例えば、いずれか一方を移動させて、両者の距離を増加させたり、鋳型を装置外へ取り出したり、加熱機構を取り外したりできるようにしてもよい。

底面冷却部材としては、熱交換面積を変化させるため、その受熱面を、放熱面と直接に接触させた状態を維持しながら、鋳型または台座に対して、面方向に相対移動されるものが挙げられる。

上記底面冷却部材においては、鋳型等の放熱面に対して、受熱面を直接に接触させているため、熱交換効率が高い上、鋳型等に対して相対移動させることによって熱交換面積を変化させた際に、抜熱量を、応答性よく、速やかに変化させることができる。

また、底面冷却部材としては、熱交換面積を変化させるため、その受熱面を、放熱面に 対して一定間隔で離間させた状態を維持しながら、鋳型または台座に対して、面方向に相 対移動されるものも挙げられる。

上記底面冷却部材においては、その受熱面を、鋳型等の放熱面に対して直接に接触させずに、一定間隔で離間させた状態を維持して、摺動面をなくした状態で、相対移動させながら熱交換させているため、両面の機械的摩耗を防ぐことができる。

30 なお、上記底面冷却部材においては、熱交換は、放熱面と受熱面との間の熱の輻射や対

10

15

20

25

流によって行われる。そのため、より効率的に熱交換を行うためには、放熱面と受熱面との間隔は、10mm以下であるのが好ましい。

放熱面が、台座の、鋳型を載置した載置面以外の面であるとき、鋳型から台座を介して 底面冷却部材への抜熱をより効率よく行うためには、台座の熱伝導率が40W/(m・K) 以上であるのが好ましい。

また、台座は、鋳型の底板側における温度分布を小さくして、シリコン融液8の一方向 凝固性を向上させるために、鋳型と底面冷却部材との間での熱交換の妨げにならない範囲 で、厚いことが好ましい。すなわち、台座は、その片面が載置面とされ、載置面と、その 反対側の面とが平行で、厚みが一定に形成されると共に、その厚みが、載置面と、その上 に載置される鋳型の底面との接触領域の差し渡し長さの1/6以上であるのが好ましい。

本発明のシリコン鋳造装置は、凝固初期から完全凝固に至るまでの間の温度勾配を、より一層、安定に維持して、さらに高品質な多結晶シリコンインゴットを、再現性よく製造することを考慮すると、鋳型の温度を測定するための温度検出手段と、この温度検出手段によって測定した鋳型の温度に基づいて、加熱機構による加熱状態と、冷却機構の熱交換領域の熱交換面積とを制御することで、シリコン融液の凝固速度を制御する制御手段とを備えているのが好ましい。

また、本発明のシリコン鋳造装置は、多結晶シリコンインゴットを製造するに際し、先に説明した一方向凝固精製方法を、スムースかつ均一に実施するために、鋳型の内部に保持するシリコン融液に不活性ガスを吹き付ける不活性ガス吐出手段を有し、不活性ガス吐出手段は、鋳型および加熱機構との距離が一定に維持された状態で配設されるのが好ましい。

なお、不活性ガス吐出手段の、鋳型および加熱機構との距離を一定に維持するのは、鋳型の場合と同様に、少なくとも、一方向凝固によって多結晶シリコンインゴットを製造する工程の間であればよい。それ以外の、例えば、シリコン原料を鋳型内に収容する際や、製造した多結晶シリコンインゴットを鋳型内から取り出す際には、その作業性を向上する

表述した多品間クリコクイクコットを顕宝的から取り出り際には、その作業性を向上する ために、例えば、不活性ガス吐出手段を、鋳型と加熱機構との間から引き出すことができ るようにしてもよい。

本発明の他のシリコン鋳造装置は、底板と、この底板の周縁から上方に立ち上げた側板とを備え、内部にシリコン融液を保持するための鋳型と、

30 鋳型の上方に配設される加熱機構と、

15

20

25

30

鋳型の下方および側方に配設される冷却機構と、

を具備し、加熱機構による加熱と冷却機構による冷却とによって、鋳型内のシリコン融液 に温度勾配を生じさせることで、当該シリコン融液を、鋳型の底板側から上方へ一方向凝 固させるためのシリコン鋳造装置であって、

5 鋳型と加熱機構とは、距離が一定に維持された状態で配設され、

冷却機構は、鋳型の底板の下面である底面を冷却するための底面冷却部材と、鋳型の側板の外側面である側面を冷却するための側面冷却部材とを備え、

側面冷却部材は、鋳型の側面に対向して配設されて、当該側面と共に熱交換領域を構成する受熱面を有すると共に、当該熱交換領域を、鋳型の高さ方向の下方から上方へ順に拡大させるため、鋳型に対して相対移動されることを特徴とするものである。

本発明においては、鋳型と加熱機構とを、距離が一定に維持された状態で配設している ため、上記距離が変動することに伴う、加熱機構から鋳型への入熱量の変動を抑制するこ とができる。また、冷却機構の底面冷却部材によって、鋳型の底面を冷却しながら、側面 冷却部材を、鋳型に対して相対移動させることで、当該側面冷却部材に設けた受熱面と、

放熱面としての、鋳型の側面との間の熱交換領域を、鋳型内のシリコン融液の凝固が進行して固液界面が上昇するのに合わせて、鋳型の高さ方向の下方から上方へ順に拡大させるように変化させることができる。そのため、冷却機構による鋳型からの抜熱量を、十分に良好に制御することができ、凝固初期から完全凝固に至るまでの間、温度勾配を安定に維持することができる。したがって、本発明によれば、結晶粒径や結晶粒界の数、粒界の性質、結晶粒内の配向性、欠陥密度等が厚み方向にほぼ均一で、より高品質な多結晶シリコンインゴットを、再現性よく、できるだけコスト安価に製造することが可能となる。なお、鋳型と加熱手段との距離を一定に維持するのは、前記のように、少なくとも一方向凝固に

側面冷却部材としては、鋳型の側面に構成される熱交換領域を、鋳型の高さ方向の下方から上方へ順に拡大させるため、その受熱面を、鋳型の側面と直接に接触させた状態を維持しながら、鋳型に対して、その下方から上方へ面方向に相対移動されるものが挙げられる。

よって多結晶シリコンインゴットを製造する工程の間であればよい。

上記側面冷却部材においては、放熱面としての鋳型の側面に対して、受熱面を直接に接触させているため、熱交換効率が高い上、鋳型に対して相対移動させることによって熱交換面積を変化させた際に、抜熱量を、応答性よく、速やかに変化させることができる。

また、側面冷却部材としては、鋳型の側面に対向する受熱面を、鋳型の高さ方向に複数に分割した分割受熱面を有する複数の冷却部分を備えると共に、各冷却部分が、鋳型の側面に構成される熱交換領域を、鋳型の高さ方向の下方から上方へ順に拡大させるため、個別に、その分割受熱面を、側面に対して当接または接近させた状態と、離間させた状態との間で相対移動されるものも挙げられる。

上記側面冷却部材においては、各冷却部分の分割受熱面を、個別に、鋳型の側面に対して、摺動させることなく、当接または接近させた状態と、離間させた状態との間で相対移動させることによって熱交換させているため、摺動面をなくして、各面の機械的摩耗を防ぐことができる。また、特に、分割受熱面を、鋳型の側面に直接に当接させる場合は、熱交換効率を向上できる上、鋳型に対して相対移動させることによって熱交換面積を変化させた際に、抜熱量を、応答性よく、速やかに変化させることもできる。

また、側面冷却部材と組み合わせる底面冷却部材としては、

(1) 鋳型の底面、または、

5

10

15

20

25

(2) 鋳型が、その底面を、載置面に接触させた状態で載置される台座の、載置面以外の面、 である放熱面に対向して配設されて、当該放熱面と共に熱交換領域を構成する受熱面を有 すると共に、対向する放熱面と受熱面との間の熱交換面積を変化させるため、鋳型または 台座に対して相対移動されるものが挙げられる。

上記底面冷却部材を側面冷却部材と組み合わせれば、凝固初期から完全凝固に至るまでの間の温度勾配を、より一層、安定に維持して、さらに高品質な多結晶シリコンインゴットを、再現性よく、できるだけコスト安価に製造することができる。

また、上記底面冷却部材としては、鋳型の底面に対向して配設されて、当該底面と共に 熱交換領域を構成する受熱面を、鋳型の底面の中央部と周縁部とに分割した分割受熱面を 有する複数の冷却部分を備えると共に、各冷却部分が、鋳型の底面に構成される熱交換領 域を、底面の中央部から周縁部へ順に拡大させるため、個別に、その分割受熱面を、底面 に対して当接または接近させた状態と、離間させた状態との間で相対移動されるものが挙 げられる。

上記底面冷却部材を側面冷却部材と組み合わせれば、鋳型内のシリコン融液の凝固に合わせて温度勾配をさらに細かく制御して、より一層、高品質な多結晶シリコンインゴットを、再現性よく、できるだけコスト安価に製造することができる。

30 本発明のシリコン鋳造装置は、凝固初期から完全凝固に至るまでの間の温度勾配を、よ

り一層、安定に維持して、さらに高品質な多結晶シリコンインゴットを、再現性よく製造することを考慮すると、鋳型の温度を測定するための温度検出手段と、この温度検出手段によって測定した鋳型の温度に基づいて、加熱機構による加熱状態と、冷却機構の熱交換領域の熱交換面積とを制御することで、シリコン融液の凝固速度を制御する制御手段とを備えているのが好ましい。

5

10

15

20

25

また、本発明のシリコン鋳造装置は、多結晶シリコンインゴットを製造するに際し、先に説明した一方向凝固精製方法を、スムースかつ均一に実施するために、鋳型の内部に保持するシリコン融液に不活性ガスを吹き付ける不活性ガス吐出手段を有し、不活性ガス吐出手段は、鋳型および加熱機構との距離が一定に維持された状態で配設されるのが好ましい。なお、不活性ガス吐出手段の、鋳型および加熱機構との距離を一定に維持するのは、前記のように、少なくとも一方向凝固によって多結晶シリコンインゴットを製造する工程の間であればよい。

本発明の多結晶シリコンインゴットの製造方法は、上記いずれかのシリコン鋳造装置を用いて多結晶シリコンインゴットを製造する方法であって、底板と、この底板の周縁から上方に立ち上げた側板とを備える鋳型の内部にシリコン融液を保持させる工程と、鋳型の上方に配設される加熱機構と鋳型との距離を一定に維持した状態で、鋳型の下方、または下方および側方に配設される冷却機構による冷却に伴う、鋳型内部のシリコン融液の固液界面の上昇に応じて、鋳型の底板側および側板側のうちの少なくとも一方の放熱面と、冷却機構の、上記放熱面と対向する受熱面との間に構成される熱交換領域の熱交換面積を増加させながら、シリコン融液を、鋳型の底板側から上方へ一方向凝固させることを特徴とするものである。

本発明によれば、先に説明したように、抜熱量を十分に制御できるため、凝固初期から 完全凝固に至るまでの間、温度勾配を安定に維持して、結晶粒径や結晶粒界の数、粒界の 性質、結晶粒内の配向性、欠陥密度等が厚み方向にほぼ均一な多結晶シリコンインゴット を、再現性よく、コスト安価に製造することが可能となる。

また、上記本発明の製造方法において、温度検出手段によって測定した鋳型の温度に基づき、制御手段によって、加熱機構による加熱状態と、冷却機構の熱交換領域の熱交換面積とを制御しながら、シリコン融液を、鋳型の底板側から上方へ一方向凝固させるようにすると、凝固初期から完全凝固に至るまでの間の温度勾配を、より一層、安定に維持して、

30 さらに高品質な多結晶シリコンインゴットを、再現性よく、コスト安価に製造することが

11

できる。

5

20

また、本発明の製造方法において、不活性ガス吐出手段から、鋳型の内部に保持するシ リコン融液に不活性ガスを吹き付けながら、シリコン融液を、鋳型の底板側から上方へ一 方向凝固させるようにすると、一方向凝固精製方法を、スムースかつ均一に実施すること ができるため、不純物元素の量が著しく低減されて、より一層、高品質な多結晶シリコン インゴットを、再現性よく、コスト安価に製造することができる。

図面の簡単な説明

図1Aは、本発明のシリコン鋳造装置の、実施の形態の一例を示す縦断面図、図1Bは、 10 上記例のシリコン鋳造装置の底面冷却部材を相対移動させた状態を示す縦断面図である。

図2は、図1A、図1Bのシリコン鋳造装置に、温度検出手段と制御手段とを組み合わ せた実施の形態の他の例を示す縦断面図である。

図3は、本発明のシリコン鋳造装置の、不活性ガス吐出手段を組み合わせた実施の形態 の他の例を示す縦断面図である。

15 図4Aは、本発明のシリコン鋳造装置の、実施の形態の他の例を示す縦断面図、図4B は、上記例のシリコン鋳造装置の底面冷却部材を相対移動させた状態を示す縦断面図であ る。

図5 Aは、本発明のシリコン鋳造装置の、実施の形態の他の例を示す縦断面図、図5 B は、上記例のシリコン鋳造装置の底面冷却部材を相対移動させた状態を示す縦断面図であ る。

図6Aは、本発明のシリコン鋳造装置の、実施の形態の他の例を示す縦断面図、図6B は、上記例のシリコン鋳造装置の底面冷却部材を相対移動させた状態を示す縦断面図であ る。

図7Aは、本発明のシリコン鋳造装置の、実施の形態の他の例を示す縦断面図、図7B 25 は、上記例のシリコン鋳造装置の底面冷却部材および側面冷却部材を相対移動させた状態 を示す縦断面図である。

図8Aは、本発明のシリコン鋳造装置の、実施の形態の他の例を示す縦断面図、図8B は、上記例のシリコン鋳造装置の底面冷却部材および側面冷却部材を相対移動させた状態 を示す縦断面図である。

30 図9Aは、本発明のシリコン鋳造装置の、実施の形態の他の例を示す縦断面図、図9B は、上記例のシリコン鋳造装置の底面冷却部材および側面冷却部材を相対移動させた状態を示す縦断面図である。

図10は、図9A、図9Bのシリコン鋳造装置に、温度検出手段と制御手段とを組み合わせた実施の形態の他の例を示す縦断面図である。

5 図11Aは、本発明の実施例で製造したシリコン鋳造装置を示す縦断面図、図11Bは、 実施例で製造したシリコン鋳造装置の変更部分を示す縦断面図である。

図12Aは、従来のシリコン鋳造装置の一例を示す縦断面図、図12Bは、上記例のシ リコン鋳造装置の鋳型を下降させた状態を示す縦断面図である。

図13は、従来のシリコン鋳造装置の他の例を示す縦断面図である。

10

発明を実施するための最良の形態

図1Aは、本発明のシリコン鋳造装置1の、実施の形態の一例を示す縦断面図、図1Bは、上記例のシリコン鋳造装置1の底面冷却部材6を相対移動させた状態を示す縦断面図である。

15 両図を参照して、この例のシリコン鋳造装置1は、底板4aと、この底板4aの周縁から上方に立ち上げた側板4bとを備え、内部にシリコン融液8を保持するための鋳型4と、 鋳型4の上方に配設される、加熱機構としてのヒータ3と、

鋳型4が、その底板4aの下面である底面4cを、載置面5aに接触させた状態で載置される台座5と、

20 これらの部材の周囲を取り囲むように配設される断熱部材2と、

台座5との間での熱交換によって、台座5上に載置された鋳型4の底面4cを冷却する ための底面冷却部材6を含む冷却機構Cと、

を備えている。

このうち、ヒータ3と鋳型4とは、少なくとも一方向凝固によって多結晶シリコンイン ゴットを製造する工程の間、距離が一定に維持された状態で保持される。それ以外の、例 えば、シリコン原料を鋳型内に収容する際や、製造した多結晶シリコンインゴットを鋳型 内から取り出す際には、その作業性を向上するために、例えば、いずれか一方を移動させ て、両者の距離を増加させたり、鋳型を装置外へ取り出したり、加熱機構を取り外したり できるように構成するのが好ましい。

30 鋳型4は、特に限定されないが、例えば、二酸化珪素 (SiO₂) や黒鉛、炭素繊維強

化炭素材料等からなり、製造した多結晶シリコンインゴットを取り出す際に分割できると 共に、取り出し後に再度、組み立てることができる分割鋳型として構成するのが好ましい。 また、鋳型4の内面には、図示していないが、多結晶シリコンインゴットの融着を防止し て取り出しを容易にすると共に、鋳型4を何度でも再使用できるようにするために、離型 層を設けるのが好ましい。

5

10

15

25

離型層としては、例えば、シリコンの窒化物である窒化珪素(Si_3N_4)、炭化物である炭化珪素(SiC)、酸化物である二酸化珪素(SiO_2)等の、珪素化合物の層が挙げられる。鋳型4の内面に離型層を形成するためには、上記珪素化合物の粉末を、適当なバインダと共に溶剤中に混合してスラリーを形成し、このスラリーを、塗布あるいはスプレー等して、鋳型4の内面にコーティングすればよい。

ヒータ3としては、鋳型4内に収容したシリコン原料を加熱して溶融させて、シリコン融液8を生成させたり、生成したシリコン融液8を鋳型4の上方から加熱して、冷却機構 Cによる鋳型4の底面4c側からの冷却との組み合わせによって、当該シリコン融液8に温度勾配を生じさせて、一方向凝固させたりすることができる種々のヒータが使用可能である。これらの機能を有するヒータ3としては、例えば、ドーナッ形状等とした抵抗加熱式のヒータや、誘導加熱式のコイル等が挙げられる。ヒータ3は、図に示した炉内の天井部でなく、図示していないが、鋳型4を取り囲むように、炉内の側面部と天井部の両方に設けてもよい。

台座 5 は、鋳型 4 の底面 4 c から抜熱して底面冷却部材 6 に伝熱するために用いられる 20 ことから、その熱伝導率が高い上、A r 等の不活性ガス雰囲気中で、シリコンの融点(1 4 1 4 $^{\circ}$ C)以上、特に 1 6 0 0 $^{\circ}$ C以上の高温に耐えることができる材料、特に、熱伝導率 が 4 0 W/ $(m \cdot K)$ 以上で、かつ高い耐熱性を有する材料によって形成するのが好ましい。

これらの条件を満たす、台座5を形成するのに適した材料としては、例えば、グラファイト [熱伝導率49W/(m・K)]、サファイア [熱伝導率45W/(m・K)]、窒化アルミニウム [A1N、熱伝導率84W/(m・K)]、炭化珪素 [SiC、熱伝導率200W/(m・K)] 等が挙げられ、中でも、加工が簡単で低コストであることから、グラファイトが好ましい。

断熱部材2は、先に説明したように、鋳型4と、ヒータ3と、台座5の周囲を取り囲む 30 ように配設されている。断熱部材2は、耐熱性や断熱性等を考慮して、カーボンを主成分

14

として含む材料、例えばグラファイトフェルト等によって形成するのが好ましい。断熱部材2を設けることによって、ヒータ3からの熱の輻射を、鋳型4の内部のシリコン融液8にロス少なく伝えることができる。また、鋳型4の側板4bや台座5の下面5cからの余分な抜熱を抑制して、冷却機構Cの底面冷却部材6のみによって効果的に抜熱することで、シリコン融液を効率的に一方向凝固させることができる。

5

30

なお、台座5の下面5 c側の断熱部材2には、底面冷却部材6の、後述する受熱面6 a を有する側板6 cを挿入するための開口部2 aが設けられていると共に、この開口部2 a に続いて、台座5の側面5 bと断熱部材2 との間には、挿入された側板6 cを受容するための隙間2 bが設けられている。

10 冷却機構Cは、台座5の、載置面5aの周縁から下方に続く、放熱面としての側面5b と直接に接触する受熱面6aを備え、図中に実線の矢印で示すように、受熱面6aを側面 5bに接触させた状態を維持しながら、台座5に対して、側面5bの面方向に相対移動さ れる、前記底面冷却部材6と、この底面冷却部材6を、上記面方向に相対移動させるため の、昇降用モータ(図2中の符号12)とを備えている。

15 また、底面冷却部材 6 は、台座 5 の下方に、当該台座 5 の下面 5 c と平行に配設された 平板状の底板 6 b と、この底板 6 b の周縁から上方に立ち上げた、その内側面が前記受熱 面 6 a とされた側板 6 c と、底板 6 b の下面中央から下方に延設されて、前記昇降用モータ 1 2 と接続される接続部 6 d とを、例えば、ステンレス鋼等の金属材料によって一体に 形成して構成されている。

20 上記のうち、側板6cは、台座5の側面5bを包囲する形状に形成するのが好ましい。 例えば、台座5が直方体状である場合には、側板6cを、直方体の4面の側面5bに合わせた、互いに連続した、あるいは個々に独立した4面の板状に形成すればよい。また、台座5が円柱状である場合には、側板6cを、円柱の側面5bに合わせた円筒状や、円筒を周方向に複数の部分に分割した形状等に形成すれば良い。また、上記の組み合わせにおいて、台座5は、載置面5aの温度分布をできるだけ一様にして、鋳型4の底面4cを均一に冷却することを考慮すると、鋳型4と底面冷却部材6との間での熱交換の妨げにならない範囲で、その厚みができるだけ大きいことが望ましい。

側板6 cの上端部には、図1Aに示すように、底面冷却部材6を下降させて、側板6 c を、断熱部材2の開口部2 aから引き出した状態で、当該開口部2 aを塞ぐための可動断 熱片7が、底面冷却部材6と共に昇降可能に取り付けられている。可動断熱片7は、断熱 部材2と同様の断熱材によって形成される。

5

20

25

図示していないが、底面冷却部材6の内部には、水等の冷却液体を循環させる配管を設けて、この冷却液体の循環によって、底面冷却部材6を冷却するようにしてもよい。冷却液体は、シリコン鋳造装置1の外部で、熱交換器によって冷却したものを、底面冷却部材6の内部の配管内を循環させた後、再び熱交換器に還流させるようにすればよい。

底面冷却部材 6 は、先に説明したように、昇降用モータ 1 2 によって昇降されることで、 台座 5 に対して、放熱面としての側面 5 bの面方向に相対移動される。そして、それによって、側面 5 bと、受熱面 6 a との間に形成される熱交換領域HE(図 1 Bに示す)の熱交換面積が変化される。

10 例えば、図1Aは、底面冷却部材6を最も下方まで下降させた状態を示しており、この 状態では、台座5の側面5bと底面冷却部材6の受熱面6aとが全く接触しておらず、熱 交換領域HEの熱交換面積はゼロである。また、図の状態では、先に説明したように、断 熱部材2の開口部2aが、可動断熱片7によって塞がれるため、特に、シリコン原料を溶 融してシリコン融液8を生成させる際等、冷却機構Cを使用しないときに、熱伝導率の高 い台座5等から、装置外へ熱がリークするのを有効に防止することができ、多結晶シリコ ンインゴット製造の時間およびコストを節約することができる。

また、図1Bは、底面冷却部材6を最も上方まで上昇させた状態を示しており、この状態では、台座5の側面5bと底面冷却部材6の受熱面6aとが、図の例の装置で設定される最も広い面積に亘って接触しており、熱交換領域HEの熱交換面積は最大となる。さらに、図示していないが、底面冷却部材6を、上記図1Aと図1Bの間の任意の位置に移動させれば、熱交換領域HEの熱交換面積を、ゼロと最大の間の任意の面積に、無段階で設定することができる。

そのため、図の例のシリコン鋳造装置1によれば、最初は図1Aの状態からスタートし、シリコン融液8の凝固が進行することによる固液界面の上昇に合わせて、底面冷却部材6を徐々に上昇させて、熱交換領域HEの熱交換面積を徐々に増加させることで、鋳型4の、底板4aの下面である底面4cから、台座5を経由して、上記熱交換領域HEを通して底面冷却部材6に抜熱される熱(図1B中に白矢印で示す)の移動量、すなわち抜熱量を、徐々に増加させることができる。

したがって、ヒータ3と冷却機構Cとによって鋳型4内のシリコン融液8に付与される 30 温度勾配を、固液界面の上昇に伴う熱抵抗の増加に関係なく、凝固初期から完全凝固に至

10

15

20

25

るまでの間、安定に維持することができ、結晶粒径や結晶粒界の数、粒界の性質、結晶粒 内の配向性、欠陥密度等が厚み方向にほぼ均一で、高品質な多結晶シリコンインゴットを、 再現性よく、コスト安価に製造することが可能となる。

台座5は、その厚みD (図1B参照) が小さすぎると、側面5bの近傍のみが集中的に冷却され、中央部は十分に冷却されない状態を生じるおそれがある。そのため、鋳型4の底板4a側における温度分布をできるだけ一様にして、シリコン融液8の一方向凝固性を向上させるために、台座5は、厚みDができるだけ大きいことが望ましい。厚みDの具体的な範囲については特に限定されないが、載置面5aと、その上に載置される鋳型4の底面4cとの接触領域の差し渡し長さL(図1A参照)の1/6以上であるのが好ましい。また、台座5が厚すぎて、鋳型4と底面冷却部材6との間での熱交換の妨げになるのを防止するためには、厚みDは、上記の範囲内でも、特に、差し渡し長さLの2/3以下であるのが好ましい。

なお、ここでいう差し渡し長さLとは、載置面5aと、その上に載置される鋳型4の底面4cとの接触領域の平面形状の重心点を通過する直線が、当該平面形状の輪郭線によって切り取られてできる線分のうち、最小の長さを示すものを指すこととする。例えば、接触領域の平面形状が長方形状であるとき、差し渡し長さLは、長方形の短辺の長さと一致する。また、接触領域の平面形状が円形であるとき、差し渡し長さLは、円の直径と一致する。また、接触領域の平面形状は、図1A、図1Bの例のように、台座5の載置面5aが、鋳型4の底面4cより小さいときは、載置面5aの平面形状と一致し、図11Aの例のように、逆であるときは、鋳型4の底面4cの平面形状と一致する。

図2は、図1A、図1Bのシリコン鋳造装置1に、温度検出手段としての熱電対10と、 制御手段11とを組み合わせた実施の形態の他の例を示す縦断面図である。これらの部材 以外の構成は、先に説明したとおりであるので、以下では、相違点についてのみ説明する。

図2を参照して、熱電対10は、鋳型4の側板4bの上辺近傍、下辺近傍および両者の中間の3箇所に設けられている。これにより、鋳型4内のシリコン融液8に付与される温度勾配を求めることができる。各熱電対10の出力は、制御ケーブル13を介して、制御手段11に与えられる。制御手段11は、3つの熱電対10の出力から、シリコン融液8に付与される温度勾配を演算し、その結果に基づいて、制御ケーブル13を介して、ヒータ3、および昇降用モータ12を駆動制御する。

30 なお、温度検出手段は、熱電対10には限られず、例えば、非接触の赤外線温度計等を

20

25

30

用いることもできる。また、制御手段11としては、例えば、周知のプログラマブルコントローラ等を用いることができる。プログラマブルコントローラ(シーケンサ)は、機械制御の分野においてきわめてよく知られているものであって、単機能を有するモジュールを組み合わせてユニット化して用いたり、機能を特化した1つのモジュールを用いたりして構成することができる。上記制御手段11の場合は、熱電対10からの出力が、例えば、アナログの電圧値として取り込まれることから、これをデジタルデータに変換するモジュールなどを適宜、組み合わせて使用すればよい。

以下に、上記のシリコン鋳造装置1を用いて、多結晶シリコンインゴットを製造する手順を、図1A~図2を参照しながら説明する。

10 まず、鋳型4の内部にシリコン原料を充てんして制御手段11を起動させると、当該制御手段11は、図1Aに示すように、冷却機構Cの底面冷却部材6を最も下方まで下降させて、断熱部材2の開口部2aを可動断熱片7によって塞ぐことで、ヒータ3、鋳型4、および台座5を、断熱部材2と可動断熱片7とによって包囲させる。そして、ヒータ3に通電して、鋳型4を、温度1420℃~1550℃程度に加熱させることで、シリコン原料を溶融させる。これにより、ヒータ3からの輻射熱がロスされることを防いで、効率的に、より短時間で、シリコン原料を溶融させることができる。

シリコン原料が溶融してシリコン融液8となると、制御手段11は、3つの熱電対10の出力から、シリコン融液8の温度勾配をモニタリングしながら、昇降用モータ12を駆動させることで、底面冷却部材6を徐々に上昇させて、台座5との間に熱交換領域HEを生じさせて抜熱を開始させる。

そして、ヒータ3と冷却機構Cとによってシリコン融液8に付与される温度勾配を、引き続き、熱電対10の出力によってモニタリングしながら、当該温度勾配が、固液界面の上昇に伴う熱抵抗の増加に関係なく、安定に維持されるように、底面冷却部材6の昇降と、それに伴う台座5との間の熱交換領域HEの熱交換面積の増減とを制御すると共に、ヒータ3に供給する電力を制御する。具体的には、制御手段11は、例えば、シリコン融液の温度勾配が所定値より小さい場合、(a) ヒータ3に供給する電力を増加させる、(b) 底面冷却部材6を上昇させて、熱交換領域HEの熱交換面積を増加させる、のいずれか一方、または両方の処理を行って、温度勾配を大きくする。また、温度勾配が所定値より大きい場合は、上記と逆の処理を行って、温度勾配を小さくする。

制御手段11によって上記の制御を行うと、シリコン融液8を一方向凝固させる際の温

18

度勾配を、凝固初期から完全凝固に至るまでの間、より一層、安定に維持することができ、 さらに高品質な多結晶シリコンインゴットを、再現性よく、コスト安価に製造することが 可能となる。

なお、鋳型4の温度だけでなく、ヒータ3、台座5、装置内雰囲気、底面冷却部材6、 冷却流体等の温度や、あるいは、冷却流体の流量等を計測して、これらを制御するように すれば、より高い再現性を得ることができる。また、底面冷却部材6を昇降させる昇降用 モータ12として、昇降速度が可変なインバータ制御のモータやステッピングモータ、リ ニアモータなどを用い、上述の各制御項目に合わせて、昇降の速度を制御するようにすれ ば、さらに細かく、温度勾配を制御することができる。

5

15

30

10 図3は、本発明のシリコン鋳造装置1の、実施の形態の他の例を示す縦断面図である。 上記シリコン鋳造装置1の大部分の構成は、先の図1A、図1Bのものと同様であるので、 以下では、相違点についてのみ説明する。

図3を参照して、この例のシリコン鋳造装置1においては、底面冷却部材6の受熱面6 aが、台座5の、放熱面である側面5bに対して一定の間隔Gを隔てて離間させて配設されており、底面冷却部材6は、この間隔Gを維持しながら、台座5に対して、上記側面5 bの面方向に相対移動される。これにより、摺動面をなくして、両面の機械的摩耗を防ぐことができる。熱交換は、側面5bと受熱面6aとの間の熱の輻射や対流によって行われる。そのため、より効率的に熱交換を行うためには、両面5b、6aの間隔Gは、10mm以下であるのが好ましい。

20 また、台座5は、その厚みDが小さすぎると、側面5 bの近傍のみが集中的に冷却され、中央部は十分に冷却されない状態を生じるおそれがある。そのため、鋳型4の底板4 a側における温度分布をできるだけ一様にして、シリコン融液8の一方向凝固性を向上させるために、台座5は、厚みDができるだけ大きいことが望ましい。厚みDの具体的な範囲については特に限定されないが、載置面5 aと、その上に載置される鋳型4の底面4 cとの接触領域の差し渡し長さLの1/6以上であるのが好ましい。また、台座5が厚すぎて、鋳型4と底面冷却部材6との間での熱交換の妨げになるのを防止するためには、厚みDは、上記の範囲内でも、特に、差し渡し長さLの2/3以下であるのが好ましい。

なお、ここでいう差し渡し長さLとは、載置面5 a と、その上に載置される鋳型4の底面4 c との接触領域の平面形状の重心点を通過する直線が、当該平面形状の輪郭線によって切り取られてできる線分のうち、最小の長さを示すものを指すこととする。例えば、接

19

触領域の平面形状が長方形状であるとき、差し渡し長さLは、長方形の短辺の長さと一致する。また、接触領域の平面形状が円形であるとき、差し渡し長さLは、円の直径と一致する。また、接触領域の平面形状は、図の例のように、台座5の載置面5 aが、鋳型4の底面4 c より小さいときは、載置面5 a の平面形状と一致し、逆であるときは、鋳型4の底面4 c の平面形状と一致する。

5

10

15

20

25

30

また、台座5は、鋳型4の底面4cを均一に冷却することを考慮すると、図の例のように、載置面5aと下面5cとが共に平面で、かつ平行であって、厚みが均一であることが好ましく、その際の厚みDは、両面間の距離によって規定することができるが、台座5の厚みが等しくないときは、その最小の厚みでもって、台座5の厚みDと規定することとする。

また、図の例のシリコン鋳造装置1には、断熱部材2を貫通して、鋳型4の上方の、ヒータ3との間の領域に先端部を突出させるようにして、先に説明したように、少なくとも一方向凝固によって多結晶シリコンインゴットを製造する工程の間、鋳型4およびヒータ3との距離が一定に維持された状態で、不活性ガス吐出手段としてのノズル9が配設されている。そのため、一方向凝固によって多結晶シリコンインゴットを製造する際に、このノズル9から、鋳型4の内部に保持するシリコン融液8に、Ar等の不活性ガスを、シリコン融液8の液面とノズル9の先端との距離が変化したり、不活性ガスの滞留状態が変動したりすることなしに、常に一定の状態で吹き付けることができる。そのため、先に説明した一方向凝固精製方法を、スムースかつ均一に、再現性よく、実施することができる。

なお、ノズル9は、一方向凝固の工程以外の、例えば、シリコン原料を鋳型内に収容する際や、製造した多結晶シリコンインゴットを鋳型内から取り出す際には、その作業性を向上するために、例えば、鋳型4とヒータ3との間から引き出したりできるように構成するのが好ましい。また、一方向凝固の工程において、ノズル9の先端は、シリコン融液8の液面の概ね中央部を狙って不活性ガスを噴出させるように配置するのが好ましい。不活性ガスとしては、例えばHe、Ne、Ar等の希ガスが挙げられ、特に入手のしやすさから、上記のようにArが好ましい。

一方向凝固精製方法では、ノズル9の先端から、シリコン融液8の液面に不活性ガスを吹き付けると、吹き付けられた液面の中央にキャビティが形成されると共に、その周囲に、液面を覆う流れが形成される。そして、この流れに伴って、シリコン融液8の表面に、不活性ガスの吹き付けによる揺動が発生することで、次々と新しいシリコン融液8が液面に

供給されるため、シリコン融液8の内部で発生するSiOガスの、周囲の雰囲気中への排出が促進されて、不純物であるOが効果的に除去される。また、不活性ガスの流れによってシリコン融液8の液面が覆われるので、周囲の雰囲気中からCOガスがシリコン融液8中に混入することが防止される。

5 ノズル9には、装置外部に設けたガス供給手段から、配管(いずれも図示せず)を通して、不活性ガスが供給される。ガス供給手段の最も単純な構成としては、不活性ガスが充てんされたボンベにレギュレータ(圧力調整器)とガス流量計とを接続して、所定の圧力および流量で不活性ガスを供給できるようにした装置が挙げられる。また、マスフローコントローラを用いて、ガス流量をより細かく調整できるようにしてもよい。

10 図4Aは、本発明のシリコン鋳造装置1の、実施の形態の他の例を示す縦断面図、図4 Bは、上記例のシリコン鋳造装置1の、底面冷却部材6を相対移動させた状態を示す縦断 面図である。この例のシリコン鋳造装置1は、底面冷却部材6に連動して昇降する可動断 熱片7の、昇降方向の寸法を、鋳型4の側板4bの外側面である側面4d、および台座5 の側面5bの全面を覆う大きさに設定し、当該可動断熱片7を、底面冷却部材6の昇降に 15 合わせて昇降させることで、鋳型4の側面4dの断熱部材と、台座5の側面5bの断熱部 材として共用させるようにしたものである。

鋳型4の側面4 d と台座5の側面5 b とは同一平面に形成されると共に、両側面と、断熱部材2 との間には、可動断熱片7、および底面冷却部材6 の側板6 c とほぼ等しい幅を有し、これらの部材を受容することができる隙間2 c が設けられている。

20 図4Aを参照して、底面冷却部材6を最も下方まで下降させて、側板6cを、断熱部材2の開口部2aから完全に引き出すと、底面冷却部材6と共に下降した可動断熱片7が、台座5の側面5bの全面を覆い、かつ、断熱部材2の開口部2aを塞ぐと共に、鋳型4の側面4dを、炉内に露出させた状態となる。そのため、図の状態でヒータ3に通電すると、鋳型4に、ヒータ3の熱をより効率よく伝達して、速やかに、シリコン原料を溶解させることができる。

また、図4Bを参照して、底面冷却部材6を最も上方まで上昇させると、底面冷却部材6と共に上昇した可動断熱片7が、鋳型4の側面4dの全面を覆って、ビータ3の熱から断熱した状態となる。また、図示していないが、底面冷却部材6を、上記図4Aと図4Bの間の任意の位置まで上昇させると、鋳型4の側面4dの下部のみ可動断熱片7によって覆われ、それより上部は露出された状態となる。

30

21

そのため、例えば、シリコン融液8の固液界面の上昇に合わせて、底面冷却部材6と可動断熱片7とを徐々に上昇させて、鋳型4内のシリコン融液8を、鋳型4の上部では、ヒータ3の熱によって効率よく加熱し、かつ、下部では、可動断熱片7によってヒータ3の熱から断熱すると共に、鋳型4の底面4cでは、台座5の側面5bと底面冷却部材6の受熱面6aとの間に形成される熱交換領域HEの熱交換面積を徐々に増加させて、当該熱交換領域HEを通して底面冷却部材6に抜熱される熱(図4B中に白矢印で示す)の抜熱量を徐々に増加させながら冷却することによって、よりスムースに、一方向凝固させることができ、高品質な多結晶シリコンインゴットを、再現性よく、コスト安価に製造することが可能となる。

5

15

30

10 図5 Aは、本発明のシリコン鋳造装置1の、実施の形態の他の例を示す縦断面図、図5 Bは、上記例のシリコン鋳造装置1の底面冷却部材6を相対移動させた状態を示す縦断面 図である。この例のシリコン鋳造装置1は、台座5と底面冷却部材6の形状が異なっている。

すなわち、底面冷却部材 6 は、その外周側面が受熱面 6 a とされた、一枚の厚肉の板部 6 e と、この板部 6 e の下面 6 f から下方へ延設された、昇降用モータ 1 2 との接続用の接続部 6 d とを、例えば、ステンレス鋼等の金属材料によって一体に形成して構成されている。また、台座 5 は、下面 5 c に、上記底面冷却部材 6 の板部 6 e が挿入される座ぐり部 5 d を有すると共に、この座ぐり部 5 d の、受熱面 6 a と直接に接触する内側面 5 e を放熱面とした形状に形成されている。

20 そして、図5Bに示すように、板部6eを座ぐり部5dに挿入して、受熱面6aを内側面5eに接触させた状態を維持しながら、図中に実線の矢印で示すように、底面冷却部材6を、台座5に対して、上記内側面5eの面方向に相対移動させることで、上記両面間に形成される熱交換領域HEの熱交換面積を変化させるように構成されている。なお、底面冷却部材6の、板部6eの上面6gは、台座5との間での不要な熱交換を防止するために、その全面が、可動断熱片7によって覆われている。

図5Aを参照して、底面冷却部材6を最も下方まで下降させて、板部6eを、座ぐり部5d、および断熱部材2の開口部2aから完全に引き出すと、台座5の内側面5eと、底面冷却部材6の受熱面6aとが全く接触しない、熱交換領域HEの熱交換面積がゼロの状態となる。この状態では、断熱部材2の開口部2aが、底面冷却部材6と共に下降した可動断熱片7によって塞がれるため、例えば、シリコン原料を溶融してシリコン融液8を生

成させる際等に、熱伝導率の高い台座5等から、装置外へ熱がリークするのを有効に防止することができる。

図5Bを参照して、底面冷却部材6を最も上方まで上昇させると、台座5の内側面5e と、底面冷却部材6の受熱面6aとが、図の例の装置で設定される最も広い面積に亘って 接触し、熱交換領域HEの熱交換面積が最大となる。さらに、図示していないが、底面冷 却部材6を、上記図5Aと図5Bの間の任意の位置に移動させれば、熱交換領域HEの熱 交換面積を、ゼロと最大の間の任意の面積に、無段階で設定することができる。

5

10

15

20

25

30

そのため、図の例のシリコン鋳造装置1によれば、最初は図5Aの状態からスタートし、 固液界面の上昇に合わせて底面冷却部材6を徐々に上昇させて、熱交換領域HEの熱交換 面積を徐々に増加させることで、鋳型4の底面4cから、台座5を経由して、熱交換領域 HEを通して底面冷却部材6に抜熱される熱(図5B中に白矢印で示す)の抜熱量を、徐々 に増加させることができる。

したがって、ヒータ3と冷却機構Cとによって鋳型4内のシリコン融液8に付与される 温度勾配を、凝固初期から完全凝固に至るまでの間、安定に維持して、高品質な多結晶シ リコンインゴットを、再現性よく、コスト安価に製造することが可能となる。

また、図の例では、底面冷却部材6を台座5の内側に納めることで、シリコン鋳造装置 1の全体をコンパクト化することもできる。

図6Aは、本発明のシリコン鋳造装置1の、実施の形態の他の例を示す縦断面図、図6 Bは、上記例のシリコン鋳造装置1の底面冷却部材6を相対移動させた状態を示す縦断面 図である。この例のシリコン鋳造装置1は、底面冷却部材6の形状と、相対移動させる方 向とが異なっている。

すなわち、底面冷却部材6は、その上面が受熱面6aとされた、複数枚の板材6hによって形成されている。そして、図6Bに示すように、受熱面6aを、台座5の、放熱面である下面5cに直接に接触させた状態を維持しながら、両図中に実線の矢印で示すように、板材6hを、台座5に対して、上記下面5cの面方向に相対移動させることで、上記両面間に形成される熱交換領域HEの熱交換面積を変化させるように構成されている。

板材6hの先端部には、図6Aに示すように、当該板材6hを、断熱部材2の側面に設けた開口部2aから引き出した状態で、当該開口部2aを塞ぐための可動断熱片7が、板材6hと共に移動可能に取り付けられている。また、台座5の下面5cと、その下の断熱部材2との間には、板材6hとほぼ等しい幅を有し、板材6hを受容することができる隙

10

15

20

25

30

間2 dが設けられている。

図6Aを参照して、板材6hを隙間2d、および断熱部材2の開口部2aから完全に引き出すと、台座5の下面5cと、底面冷却部材6の受熱面6aとが全く接触しない、熱交換領域HEの熱交換面積がゼロの状態となる。この状態では、断熱部材2の開口部2aが、底面冷却部材6と共に引き出された可動断熱片7によって塞がれるため、例えば、シリコン原料を溶融してシリコン融液8を生成させる際等に、熱伝導率の高い台座5等から、装置外へ熱がリークするのを有効に防止することができる。

図6Bを参照して、底面冷却部材6を、隙間2dの最も奥まで挿入させると、台座5の下面5cと、底面冷却部材6の受熱面6aとが、図の例の装置で設定される最も広い面積に亘って接触し、熱交換領域HEの熱交換面積が最大となる。さらに、図示していないが、底面冷却部材6を、上記図6Aと図6Bの間の任意の位置に移動させれば、熱交換領域HEの熱交換面積を、ゼロと最大の間の任意の面積に、無段階で設定することができる。

そのため、図の例のシリコン鋳造装置1によれば、最初は図6Aの状態からスタートし、 固液界面の上昇に合わせて板材6hを徐々に隙間2dの奥に挿入して、熱交換領域HEの 熱交換面積を徐々に増加させることで、鋳型4の底面4cから、台座5を経由して、熱交 換領域HEを通して底面冷却部材6に抜熱される熱(図6B中に白矢印で示す)の抜熱量 を、徐々に増加させることができる。

したがって、ヒータ3と冷却機構Cとによって鋳型4内のシリコン融液8に付与される 温度勾配を、凝固初期から完全凝固に至るまでの間、安定に維持して、高品質な多結晶シ リコンインゴットを、再現性よく、コスト安価に製造することが可能となる。

また、図の例では、台座5の側面5 bや内側面5 e よりも広い底面5 c を放熱面としているため、熱交換領域HEの熱交換面積をより大きくして、冷却効率を向上することもできる。また、台座5の側面5 bや内側面5 e を放熱面とする場合に比べて、当該台座5の全体の温度分布をさらに一様にして、鋳型4の底面4 c を均一に冷却し、それによって、シリコン融液8の一方向凝固性を向上させることができる。

図7Aは、本発明のシリコン鋳造装置1の、実施の形態の他の例を示す縦断面図、図7 Bは、上記例のシリコン鋳造装置1の底面冷却部材C1および側面冷却部材C2を相対移動させた状態を示す縦断面図である。

両図を参照して、この例のシリコン鋳造装置1は、底板4aと、この底板4aの周縁から上方に立ち上げた側板4bとを備え、内部にシリコン融液8を保持するための鋳型4と、

15

20

鋳型4の上方に配設される、加熱機構としてのヒータ3と、

鋳型4の、底板4aの下面である底面4cを冷却するための底面冷却部材C1と、鋳型4の、側板4bの外側面である側面4dを冷却するための側面冷却部材C2とを含む冷却機構Cと、

5 これらの部材を収容して密閉可能で、その内部を、0.65~40kPaに減圧したA r等の不活性ガス雰囲気とした状態で、一方向凝固による多結晶シリコンインゴットの製 造が可能な殻体1aと、

を備えている。殻体1a内の、ヒータ3の上方には、当該ヒータ3からの輻射を、熱損失を極力、抑えながら、鋳型4内のシリコン融液8に伝達させるための断熱部材2が配設されている。断熱部材2、ヒータ3、および鋳型4としては、前記と同様の構成を有するものを用いることができる。

ヒータ3と鋳型4とは、先の場合と同様に、少なくとも一方向凝固によって多結晶シリコンインゴットを製造する工程の間、距離が一定に維持された状態で保持される。それ以外の、例えば、シリコン原料を鋳型内に収容する際や、製造した多結晶シリコンインゴットを鋳型内から取り出す際には、その作業性を向上するために、例えば、いずれか一方を移動させて、両者の距離を増加させたり、鋳型を装置外へ取り出したり、加熱機構を取り外したりできるように構成するのが好ましい。

鋳型4は、底面冷却部材C1を当接させるために、その底面4cの周辺部のみを支持し、他を露出させた支持部材51によって、殻体1a内の所定の位置に保持されている。支持部材51は、不活性ガス雰囲気中で、1600℃程度の高温に耐え得る種々の材料によって形成することができるが、加工が簡単で、かつ低コストであること、多結晶シリコンインゴットの品質を低下させる不純物の濃度を、高純度化によって低減できることから、グラファイトによって形成するのが好ましい。また、殻体1aは、例えばステンレス鋼等によって形成される。

25 底面冷却部材C1は、鋳型4の底面4cに当接される受熱面を、その中央部と周縁部とに分割した分割受熱面61a、62aを有する、複数の冷却部分61、62を備えている。それぞれの冷却部分61、62の下側には、下方へ延設されて設体1aの外側に達する接続部61b、62bが接続されており、各接続部61b、62bには、冷却部分61、62を個別に昇降させるための、図示しない昇降用モータが接続されている。

30 各冷却部分61、62は、鋳型4の底面4cに構成される熱交換領域を、底面4cの中

25

央部から周縁部へ順に拡大させるため、昇降用モータを個別に駆動させて、分割受熱面 6 1 a、6 2 a を、個別に、鋳型 4 の底面 4 c に対して当接させた状態と、離間させた状態との間で、上記底面 4 c と直交する、図中に実線の矢印で示す上下方向に相対移動(昇降)される。

5 すなわち、図7Aに示すように、全ての冷却部分61、62を下降させて、分割受熱面61a、62aを、鋳型4の底面4cから離間させた状態からスタートして、図示していないが、まず、中央部の冷却部分61を上昇させて、その分割受熱面61aを底面4cに当接させ、最後に、図7Bに示すように、周縁部の冷却部分62を上昇させて、その分割受熱面62aを底面4cに当接させることによって、鋳型4の底面4cに構成される熱交換領域を、底面4cの中央部から周縁部へ順に拡大させることができる。

冷却部分61は、その分割受熱面61aを、例えば、円形、楕円形、矩形、多角形等の任意の平面形状に形成することができる。また、冷却部分62は、上記の平面形状を有する分割受熱面61aを囲む環状の分割受熱面62aを備えた環状に形成することができる。また、複数の冷却部分62を、冷却部分61の周囲に環状に配置することもできる。

15 側面冷却部材 C 2 は、鋳型 4 の側面 4 d に 当接される受熱面を、 当該鋳型 4 の高さ方向に3 つに分割した分割受熱面 6 3 a、 6 4 a、 6 5 a を有する、複数の冷却部分 6 3、 6 4、 6 5 を備えている。それぞれの冷却部分 6 3、 6 4、 6 5 の、分割受熱面 6 3 a、 6 4 a、 6 5 a と反対側には、水平方向へ延設されて殻体 1 a の外側に達する接続部 6 3 b、 6 4 b、 6 5 b が接続されており、各接続部 6 3 b、 6 4 b、 6 5 b には、冷却部分 6 3、 20 6 4、 6 5 を個別に、水平方向に移動させるための、図示しない水平移動用モータが接続されている。

各冷却部分63、64、65は、鋳型4の側面4dに構成される熱交換領域を、下方から上方へ順に拡大させるため、水平移動用モータを個別に駆動させて、分割受熱面63a、64a、65aを、個別に、鋳型4の側面4dに対して当接させた状態と、離間させた状態との間で、上記側面4dと直交する、図中に実線の矢印で示す水平方向に相対移動(水平移動)される。

25

30

すなわち、図7Aに示すように、全ての冷却部分63、64、65を、殻体1aの壁面 方向へ退避させて、分割受熱面63a、64a、65aを、鋳型4の側面4dから離間さ せた状態からスタートして、図示していないが、まず、一番下の冷却部分63を鋳型4の 方向に水平移動させて、その分割受熱面63aを側面4dに当接させ、次いで、図7Bに

26

示すように、真ん中の冷却部分64を鋳型4の方向に水平移動させて、その分割受熱面6 4aを側面4dに当接させ、最後に、図示していないが、一番上の冷却部分65を鋳型4 の方向に水平移動させて、その分割受熱面65aを側面4dに当接させることによって、 鋳型4の側面4dに構成される熱交換領域を、下方から上方へ順に拡大させることができる。

5

10

15

20

25

30

冷却部分 $63\sim65$ は、それぞれ、鋳型4の周囲を囲むように、複数個ずつ、設けるのが好ましい。例えば、鋳型4が、4つの平板状の側板4 bを備える場合は、各冷却部分 $63\sim65$ を、各面に対応させて4つずつ、鋳型4の周囲に配置することができる。また、鋳型4が円筒状の側板4 bを備える場合には、各冷却部分 $63\sim65$ を、この円筒を囲むように、複数個ずつ、鋳型4の周囲に配置することができる。

上記各冷却部分61~65は、それぞれ、ステンレス鋼等によって形成することができる。また、その内部に水等の冷却液体を循環させて冷却するようにしてもよい。

図のシリコン鋳造装置1を用いて、一方向凝固の手法によって多結晶シリコンインゴットを製造するためには、まず、鋳型4内にシリコン原料を充てんし、殻体1aを密閉して、減圧された不活性ガス雰囲気とする。

次いで、図7Aに示すように、底面冷却部材C1、および側面冷却部材C2の全ての冷却部分61~65の分割受熱面61a~65aを、鋳型4の底面4cおよび側面4dから離間させた状態で、ヒータ3に通電して、鋳型4内に充てんしたシリコン原料を溶融させて、シリコン融液8を生成させる。これにより、ヒータ3からの輻射熱がロスされることを防いで、効率的に、より短時間で、シリコン原料を溶融させることができる。

次に、底面冷却部材C1の冷却部分61を上昇させて、その分割受熱面61aを、鋳型4の底面4cの中央部に当接させると、鋳型4内のシリコン融液8に、ヒータ3によって加熱されている上方との間で温度勾配を生じて一方向凝固が開始されて、シリコンの固層(凝固組織)8aとシリコン融液8との境界である固液界面が徐々に上昇を開始する。そして、固液界面が上昇して、鋳型4の底面4cからの距離が離れるほど熱抵抗が増加して、温度勾配が小さくなる傾向があるので、次に、一方向凝固の進行による固液界面の上昇に合わせて、底面冷却部材C1の冷却部分62を上昇させて、その分割受熱面62aを、上記底面4cの周縁部に当接させ、さらに、側面冷却部材C2の冷却部分63~65を、前記のように下から順に水平移動させて、それぞれの分割受熱面63a~65aを、鋳型4の側面4dに、下から順に当接させて行く。

27

そうすると、側面冷却部材C2と、鋳型4の側面4dとの間の熱交換領域を、高さ方向の下方から上方へ順に拡大させるように変化させることができる。そのため、上記のシリコン鋳造装置1によれば、冷却機構Cによる鋳型4からの抜熱量を、より精密に制御して、凝固初期から完全凝固に至るまでの間、温度勾配を安定に維持することができ、より高品質な多結晶シリコンインゴットを、再現性よく、できるだけコスト安価に製造することが可能となる。また、上記の鋳造装置1では、摺動面をなくして、各面の機械的摩耗を防ぐこともできる。

5

10

15

20

25

30

なお、固液界面が上昇する前に、それより上側に位置する冷却部分63~65の分割受熱面63a~65aを、鋳型4の側面4dに当接させると、本来、一方向凝固の最終段階まで融液状態を保たなければならない、シリコン融液8の液面近傍が凝固してしまって、凝固組織の内部に融液が取り残された状態となる。そして、その後、取り残された内部の融液が凝固する際の体積膨張によって、多結晶シリコンインゴットが割れてしまうおそれがある。そのため、分割受熱面63a~65aは、そのときの固液界面が十分に上方、具体的には50mm以上、上昇した時点で、側面4dに当接させるようにするのが好ましい。

なお、図示していないが、各分割受熱面 6 1 a~6 5 a が、鋳型 4 の底面 4 c および側面 4 d から離間しているときに、これら底面 4 c および側面 4 d に当接できる可動式の断熱部材を別途、設ければ、例えば、シリコン原料を溶融させてシリコン融液 8 を生成させる際の熱リークを有効に抑制して、多結晶シリコンインゴット製造の時間およびコストを、さらに節約することができる。

図8Aは、本発明のシリコン鋳造装置1の、実施の形態の他の例を示す縦断面図、図8 Bは、上記例のシリコン鋳造装置1の底面冷却部材C1および側面冷却部材C2を相対移 動させた状態を示す縦断面図である。この例のシリコン鋳造装置1は、両冷却部材C1、 C2の構成が異なっている。

すなわち、底面冷却部材C1は、鋳型4の底面4cの、支持部材51間に露出したほぼ全面の平面形状に対応する平面形状を有し、上記底面4cに直接に当接される受熱面66 aを備えた1つの冷却部分66のみを備えている。冷却部分66の下側には、下方へ延設されて殻体1aの外側に達する接続部66bが接続されており、接続部66bには、冷却部分66を、図中に実線の矢印で示す上下方向に昇降させるための昇降用モータ(図10中の符号12)が接続されている。そして、冷却部分66は、昇降用モータ12を駆動させることで、その受熱面66aを、図8Aに示すように、鋳型4の底面4cから離間させ

た最下降位置と、図8Bに示すように、鋳型4の底面4cに当接させた最上昇位置の2つの位置の間で昇降される。

また、側面冷却部材C2は、鋳型4の側面4dに直接に接触する受熱面67aを備え、図中に実線の矢印で示すように、受熱面67aを側面4dに接触させた状態を維持しながら、鋳型4に対して、側面4dの面方向に相対移動される冷却部分67を備えている。冷却部分67の下側には、下方へ延設されて殻体1aの外側に達する接続部67bが接続されており、接続部67bには、冷却部分67を、上記のように上下方向に昇降させるための昇降用モータ(図10中の符号12)が接続されている。

また、冷却部分67の上端部には、可動断熱片7が、冷却部分67と共に昇降可能に取り付けられている。また、鋳型4の側面4dと、支持部材51の側面は同一平面に形成されると共に、両側面と、断熱部材2との間には、冷却部分67、および可動断熱片7とほぼ等しい幅を有し、これらの部材を受容することができる隙間2eが設けられている。

10

15

20

25

30

冷却部分67は、昇降用モータ12を駆動させることで、図8Aに示すように、隙間2eから下方へ完全に引き出された、受熱面67aが側面4dと接触しない最下降位置と、図8Bに示すように、隙間2eに挿通されて、受熱面67aが最も広い面積に亘って側面4dと接触する最上昇位置と、図示していないが、この2つの位置の間の任意の上昇位置との間で昇降され、それによって、受熱面67aと側面4dとの接触面積を無段階で増減できるように構成されている。

冷却部分67は、鋳型4の側面4dを包囲する形状に形成するのが好ましい。例えば、 鋳型4が、4つの平板状の側板4bを備える場合には、冷却部分67を、上記側板4bの 側面4dに合わせた、互いに連続した、あるいは個々に独立した4面の板状に形成すれば よい。また、鋳型4が円筒状の側板4bを備える場合には、冷却部分67を、その側面4 dに合わせた円筒状や、円筒を周方向に複数の部分に分割した形状等に形成すれば良い。 図のシリコン鋳造装置1を用いて、一方向凝固の手法によって多結晶シリコンインゴッ

トを製造するためには、まず、鋳型4内にシリコン原料を充てんし、殻体1aを密閉して、 減圧された不活性ガス雰囲気とする。

次いで、図8Aに示すように、底面冷却部材C1の冷却部分66を最下降位置まで下降させて、その受熱面66aを、鋳型4の底面4cから離間させると共に、側面冷却部材C2の冷却部分67を隙間2eから完全に引き出して最下降位置まで下降させて、受熱面67aが側面4dと接触しない状態として、ヒータ3に通電する。そうすると、冷却部分6

29

7と共に下降した可動断熱片7によって、隙間2eの、支持部材51側の開口が塞がれると共に、鋳型4の側面4dが炉内に露出された状態となるため、鋳型4に、ヒータ3の熱をより効率よく伝達して、速やかに、シリコン原料を溶解させて、効率的に、より短時間で、シリコン融液8を生成させることができる。

5 次に、底面冷却部材C1の冷却部分66を、図8Bに示す最上昇位置まで上昇させて、 その受熱面66aを、鋳型4の底面4cに当接させると、鋳型4内のシリコン融液8に、 ヒータ3によって加熱されている上方との間で温度勾配を生じて一方向凝固が開始されて、 シリコンの固層(凝固組織)8aとシリコン融液8との境界である固液界面が徐々に上昇 を開始する。

10 この際、鋳型4の側面4dと冷却部分67とは、間に介在されて隙間2eの開口を塞いでいる可動断熱片7によって断熱されるため、凝固のごく初期の段階で、鋳型4の側面4dの下辺近傍が冷却部材67によって冷やされて、冷却部分66によるスムースな一方向 凝固の開始が妨げられるのを防止することもできる。

固液界面が上昇して、鋳型4の底面4cからの距離が離れるほど熱抵抗が増加して、温度勾配が小さくなる傾向があるので、次に、一方向凝固の進行による固液界面の上昇に合わせて、側面冷却部材C2の冷却部分67を徐々に上昇させて、その受熱面67aを、鋳型4の側面4dに、下から徐々に接触させて行く。

15

20

25

30

そうすると、側面冷却部材C2と、鋳型4の側面4dとの間の熱交換領域を、高さ方向の下方から上方へ順に、しかも、この場合は、先に説明したように無段階で、拡大させるように変化させることができる。そのため、上記のシリコン鋳造装置1によれば、冷却機構Cによる鋳型4からの抜熱量を、より精密に制御して、凝固初期から完全凝固に至るまでの間、温度勾配を安定に維持することができ、より高品質な多結晶シリコンインゴットを、再現性よく、できるだけコスト安価に製造することが可能となる。

なお、冷却部分67の受熱面67aの上端部が固液界面より上に出てしまうと、前記と 同様のメカニズムによって、凝固組織の内部に融液が取り残された状態となり、取り残さ れた内部の融液が凝固する際の体積膨張によって、多結晶シリコンインゴットが割れてし まうおそれがある。そのため、冷却部分67は、その上端部が、常に、固液界面より所定 寸法 (好ましくは50mm) 以上、下にある状態を維持しながら、固液界面の上昇に合わ せて徐々に上昇させるようにするのが好ましい。

図9Aは、本発明のシリコン鋳造装置1の、実施の形態の他の例を示す縦断面図、図9

30

Bは、上記例のシリコン鋳造装置1の底面冷却部材C1および側面冷却部材C2を相対移動させた状態を示す縦断面図である。

この例のシリコン鋳造装置1は、不活性ガス吐出手段としてのノズル9を備える点が相違している。ノズル9は、ヒータ3の上側の殻体1aと断熱部材2とを貫通して、例えば円環状のヒータ3の中央部に先端部を突出させるようにして、先の場合と同様に、少なくとも一方向凝固によって多結晶シリコンインゴットを製造する工程の間、鋳型4およびヒータ3との距離が一定に維持された状態で配設されている。

5

10

15

20

25

30

そのため、一方向凝固によって多結晶シリコンインゴットを製造する際に、このノズル9から、鋳型4の内部に保持するシリコン融液8に、Ar等の不活性ガスを、シリコン融液8の液面とノズル9の先端との距離が変化したり、不活性ガスの滞留状態が変動したりすることなしに、常に一定の状態で吹き付けることができ、先に説明した一方向凝固精製方法を、スムースかつ均一に、再現性よく、実施することができる。

なお、ノズル9は、やはり、一方向凝固の工程以外の、例えば、シリコン原料を鋳型内に収容する際や、製造した多結晶シリコンインゴットを鋳型内から取り出す際には、その作業性を向上するために、例えば、鋳型4とヒータ3との間から引き出したりできるように構成するのが好ましい。また、一方向凝固の工程において、ノズル9の先端は、シリコン融液8の液面の概ね中央部を狙って不活性ガスを噴出させるように配置するのが好ましい。

支持部材51は、冷却部分67の昇降方向の寸法が、当該冷却部分67の同方向の寸法より大きめに設定されており、図9Aに示すように、冷却部分67を最下降位置まで下降させた状態において、当該冷却部分67の受熱面67aが鋳型4の下方に露出しないように覆う働きをする。また、冷却部分67上の可動断熱片7は、その昇降方向の寸法が、鋳型4の側面4dの高さとほぼ同程度に設定されており、図9Aに示すように、冷却部分67を最下降位置まで下降させた状態において、鋳型4の側面4dを覆って、熱が逃げるのを防止する働きをする。そのため、鋳型4に、ヒータ3の熱をより効率よく伝達して、速やかに、シリコン原料を溶解させて、効率的に、より短時間で、シリコン融液8を生成させることができる。

図10は、図9A、図9Bのシリコン鋳造装置に、温度検出手段と制御手段とを組み合わせた実施の形態の他の例を示す縦断面図である。これらの部材以外の構成は、先に説明したとおりであるので、以下では、相違点についてのみ説明する。

図10を参照して、熱電対10は、鋳型4の側板4bの上辺近傍、下辺近傍および両者の中間の3箇所に設けられている。これにより、鋳型4内のシリコン融液8に付与される温度勾配を求めることができる。各熱電対10の出力は、制御ケーブル13を介して、制御手段11に与えられる。制御手段11は、3つの熱電対10の出力から、シリコン融液8に付与される温度勾配を演算し、その結果に基づいて、制御ケーブル13を介して、ヒータ3、および昇降用モータ12を駆動制御する。また、制御手段11は、図示していないが、ノズル9に接続したガス供給手段や、殻体1a内を減圧するための排気ポンプ系等も駆動制御する。上記各部としては、前記と同様の構成を有するものを用いることができる。

5

15

20

25

10 以下に、上記のシリコン鋳造装置1を用いて、多結晶シリコンインゴットを製造する手順を、図9A~図10を参照しながら説明する。

まず、鋳型4の内部にシリコン原料を充てんし、殻体1 aを密閉して制御手段11を起動させると、当該制御手段11は、排気ポンプ系を作動させて、殻体1 a内を減圧すると共に、ガス供給手段を作動させて、ノズル9を通して不活性ガスを殻体1 a内に供給することで、当該殻体1 a内を、減圧された不活性ガス雰囲気とする。

次に、制御手段11は、図9Aに示すように、底面冷却部材C1の冷却部分66を最下降位置まで下降させて、その受熱面66aを、鋳型4の底面4cから離間させると共に、側面冷却部材C2の冷却部分67を最下降位置まで下降させることで、ヒータ3と鋳型4とを、断熱部材2と可動断熱片7とによって包囲させる。そして、ヒータ3に通電して、鋳型4を、温度1420 \sim 1550 \sim 2程度に加熱させることで、シリコン原料を溶融させる。これにより、ヒータ3からの輻射熱がロスされることを防いで、効率的に、より短

シリコン原料が溶融してシリコン融液8となると、制御手段11は、ノズル9の先端から、シリコン融液8の液面に不活性ガスを吹き付けさせると共に、3つの熱電対10の出力から、シリコン融液8の温度勾配をモニタリングしながら、昇降用モータ12を駆動させて、底面冷却部材C1の冷却部分66を、図9Bに示す最上層位置まで上昇させることで、受熱面66aを鋳型4の底面4cに当接させて抜熱を開始させる。そうすると、シリコンの固層(凝固組織)8aとシリコン融液8との境界である固液界面が徐々に上昇を開始する。

時間で、シリコン原料を溶融させることができる。

30 そして、制御手段11は、ヒータ3と冷却機構Cとによってシリコン融液8に付与され

る温度勾配を、引き続き、熱電対10の出力によってモニタリングしながら、その結果に基づいて、任意の時点で、昇降用モータ12を駆動させて、側面冷却部材C2の冷却部分67を徐々に上昇させて、その受熱面67aを、鋳型4の側面4dに接触させると共に、両面の接触領域である熱交換領域を、高さ方向の下方から上方へ順に、無段階で、徐々に拡大させるように変化させる。また、それと共に、制御手段11は、ヒータ3に供給する電力を制御する。

そうすると、シリコン融液8を一方向凝固させる際の温度勾配を、凝固初期から完全凝固に至るまでの間、より一層、安定に維持することができ、さらに高品質な多結晶シリコンインゴットを、再現性よく、コスト安価に製造することが可能となる。

10 なお、鋳型4の温度だけでなく、ヒータ3、殻体1a内雰囲気、冷却部分66、67、 冷却流体等の温度や、あるいは、冷却流体の流量等を計測して、これらを制御するように すれば、より高い再現性を得ることができる。また、特に、側面冷却部材C2の冷却部分 67を昇降させる昇降用モータ12として、昇降速度が可変なインバータ制御のモータや ステッピングモータ、リニアモータなどを用い、上述の各制御項目に合わせて、昇降の速 15 度を制御するようにすれば、さらに細かく、温度勾配を制御することができる。

なお、本発明の構成は、以上で説明した各図の例に限定されるものではなく、本発明の 要旨を逸脱しない範囲で、種々の設計変更を施すことができる。

例えば、図2や図10の例では、制御手段11として、プログラマブルコントローラを 例示したが、それに代えて、汎用のパーソナルコンピュータに制御用のインターフェース を組み合わせたものを、制御手段11として用いることもできる。

実施例

20

以下に、本発明を、実施例に基づいてさらに詳細に説明する。

《シリコン鋳造装置》

25 鋳型4の底面4cが台座5の載置面5aより小さく、接触領域の平面形状が、鋳型4の 底面4cの平面形状と一致すること以外は図2に示すものと同様の構成を有する、図11 Aに示すシリコン鋳造装置1を、下記の各部材を組み合わせて構成した。

(断熱部材)

断熱部材2としては、グラファイトフェルトにカーボン粉末をコーティングした、30 mm厚のものを使用した。

(ヒータ)

WO 2005/092791

ヒータ3としては、外径360mm、内径220mmのドーナッリング状の黒鉛ヒータを用いた。

(鋳型)

5 鋳型4としては、高純度黒鉛からなる厚み2mmの板材を組み合わせて、正方形の底板4aの周縁から、上方に、4枚の平板状の側板4bを立ち上げた形状を有し、内法寸法が、縦330mm×横330mm×深さ320mm、底面4cの寸法が縦334mm×横334mm×横33。 4mmである鋳型を準備した。鋳型の内面には、窒化珪素粉末と二酸化珪素粉末とからなる離型層を形成した。

10 (台座)

15

25

台座5としては、載置面5aの寸法が縦400mm×横400mmで、かつ、その厚み Dが、台座5の載置面5aと、その上に載置される鋳型4の底面4cとの接触領域である 鋳型4の底面4cの差し渡し長さL(=334mm)に対して、表1に示す比率である直 方体状のものを用いた。台座5は、基本的に、グラファイト〔熱伝導率49W/($m \cdot K$)〕 によって形成したものを用いたが、台座5の熱伝導率の効果を見るため、下記のセラミッ クによって形成した、同一の寸法と形状とを有し、かつ、熱伝導率の異なる台座5をも用 いた。

サンプルNo. 1~5、10~14:グラファイト (熱伝導率49W/(m・K))

サンプルNo. 6:92%酸化アルミニウム [Al2O3、熱伝導率13W/(m·K)]

20 サンプルNo. 7:窒化珪素 [Si₃N₄、熱伝導率35W/(m・K)]

サンプルNo.8:サファイア〔熱伝導率45W/(m·K)〕

サンプルNo.9:窒化アルミニウム [AlN、熱伝導率84W/(m·K)]

(冷却機構)

冷却機構Cの底面冷却部材6としては、ステンレス鋼によって形成すると共に、内部に、 冷却水の配管を形成したものを用いた。底面冷却部材6としては、基本的に、受熱面6 a を台座5の側面5 bに接触させた状態で、側面5 bの面方向に相対移動可能とされたもの を用いたが、両面を一定間隔で離間させた際の効果をも見るため、図11Bに示すように、 受熱面6 aが、台座5の側面5 bに対して、表1に示す寸法Gで離間された状態で、側面 5 bの面方向に相対移動可能とされたものも用いた。

30 (可動断熱片)

可動断熱片7としては、断熱部材と同じ材料からなるものを用いた。

(制御手段)

5

15

20

制御手段11としてはプログラマブルコントローラを用い、鋳型4の高さ方向の3箇所に設けた熱電対10の出力によって、鋳型4内のシリコン融液8の温度勾配をモニタリングできるように構成した。

(昇降用モータ)

昇降用モータ12としては、その回転量によって、底面冷却部材6の昇降量を自在に設 定できるステッピングモータを用いた。

《製造試験》

10 上記のシリコン鋳造装置を用いて、以下の手順で、多結晶シリコンインゴットの製造試験を行った。

まず、鋳型4内に、所定量のシリコン原料を充てんし、装置の内部を10.7kPaに減圧したArガス雰囲気とし、次いで、ヒータ3に通電して1500℃に加熱してシリコン原料を溶融させて、シリコン融液8を生成させた。そして、内部に冷却水を通した底面冷却部材6を用いて、鋳型4の底面側を、台座5を介して冷却しながら、シリコン融液8を一方向凝固させて、多結晶シリコンインゴットを製造した。

《温度追従性試験》

上記多結晶シリコンインゴットの製造中に、昇降用モータを駆動させることで、底面冷却部材6を上昇させて、台座5の側面5bと底面冷却部材6の受熱面6aとの間の熱交換領域HEの熱交換面積を増加させた際に、この面積の変化が、熱電対10によって測定される鋳型4の温度の変化となって現れるのに要した時間を求め、その結果から、下記の基準で温度追従性を評価した。

◎:1分以内。非常に良好。

〇:1分を超え、5分以内。良好。

25 △:5分を超え、10分以内。許容範囲内。

×:10分を超えた。不可。

《結晶品質の再現性試験》

上記多結晶シリコンインゴットの製造を、同じ条件ごとに5回ずつ、繰り返し行って、 それぞれ5個ずつの多結晶シリコンインゴットを製造し、それぞれの多結晶シリコンイン 30 ゴットについて、マイクロ波を利用した光導電減衰法 (μ-PCD法) によって、少数キ ャリア寿命を測定した。そして、5個の多結晶シリコンインゴットにおける少数キャリア 寿命が全て $20\mu sec$ 以上であるときを合格として、下記の基準で、結晶品質の再現性 を評価した。

◎:5個全ての多結晶シリコンインゴットの少数キャリア寿命が30μsec以上。非 5 常に良好。

〇:5個全ての多結晶シリコンインゴットの少数キャリア寿命が $25\mu sec以上、<math>30\mu sec未満$ 。良好。

 Δ : 少なくとも 1 個の多結晶シリコンインゴットの少数キャリア寿命が $20\mu sec$ 以上、 $25\mu sec$ 未満 (他は $25\mu sec$ 超)。許容範囲内。

10 ×:少なくとも 1 個の多結晶シリコンインゴットの少数キャリア寿命が 2 0 μ s e c未満。不可。

以上の結果を、図12A、図12Bに示す従来のシリコン鋳造装置を用いた場合の結果 と併せて表1に示す。

表 1

15

サンプル	装置	底面冷却部材 熱交換 間隔G		台座 熱伝導率 R / I		温度	再現性
No.		面積	(mm)	(W/mK)	D/L	追従性	
1	図11A	可変	0	4 9	0.2	0	0
2	図11B	可変	4	4 9	0.2	0	. 0
3	図11B	可変	8	4 9	0.2	Δ	0
4	図11B	可変	12	4 9	0.2	Δ	Δ
5	図11B	可変	16	4 9	0.2	Δ	Δ
6	図11A	可変	0	13	0.2	Δ	\triangle
7	図11A	可変	0	3 5	0.2	\triangle	0
8	図11A	可変	0	4 5	0.2	0	0
9	図11A	可変	0	8 4	0.2	0	0
10	図11A	可変	0	4 9	0.1	0	Δ
11	図11A	可変	0	4 9	0.15	0	Δ
12	図11A	可変	0	4 9	0.18	0	0
13	図11A	可変	0	49	0.3	0	0
1 4	図 12A,12B	一定	0	4 9	0.3		×

表より、従来のシリコン鋳造装置を用いたサンプル14では、熱交換面積が一定で、鋳型内のシリコン融液の温度勾配を制御できないため、結晶品質の再現性が悪かった。これ

36

に対し、本発明のシリコン鋳造装置を用いたサンプル $1\sim13$ では、温度追従性、および結晶品質の再現性が、いずれも許容範囲以上であり、発明の効果が認められた。

37

請求の範囲

- 1. 底板と、この底板の周縁から上方に立ち上げた側板とを備え、内部にシリコン融液を保持するための鋳型と、
- 5 鋳型の上方に配設される加熱機構と、

鋳型の下方に配設される冷却機構と、

を具備し、加熱機構による加熱と冷却機構による冷却とによって、鋳型内のシリコン融液 に温度勾配を生じさせることで、当該シリコン融液を、鋳型の底板側から上方へ一方向凝 固させるためのシリコン鋳造装置であって、

- 10 鋳型と加熱機構とは、距離が一定に維持された状態で配設され、 冷却機構は、鋳型の底板の下面である底面を冷却するための底面冷却部材を備え、 底面冷却部材は、
 - (1) 鋳型の底面、または、
 - (2) 鋳型が、その底面を、載置面に接触させた状態で載置される台座の、載置面以外の面、
- 15 である放熱面に対向して配設されて、当該放熱面と共に熱交換領域を構成する受熱面を有すると共に、対向する放熱面と受熱面との間の熱交換面積を変化させるため、鋳型または 台座に対して相対移動されることを特徴とするシリコン鋳造装置。
 - 2. 底面冷却部材は、熱交換面積を変化させるため、その受熱面を、放熱面と直接に接触させた状態を維持しながら、鋳型または台座に対して、面方向に相対移動される請求項1
- 20 記載のシリコン鋳造装置。
 - 3. 底面冷却部材は、熱交換面積を変化させるため、その受熱面を、放熱面に対して一定間隔で離間させた状態を維持しながら、鋳型または台座に対して、面方向に相対移動される請求項1記載のシリコン鋳造装置。
 - 4. 放熱面と受熱面との間隔が、10 mm以下である請求項3記載のシリコン鋳造装置。
- 25 5. 台座の熱伝導率が40W/(m・K)以上である請求項1記載のシリコン鋳造装置。
 - 6. 台座は、その片面が載置面とされ、載置面と、その反対側の面とが平行で、厚みが一定に形成されると共に、その厚みが、載置面と、その上に載置される鋳型の底面との接触領域の差し渡し長さの1/6以上である請求項5記載のシリコン鋳造装置。
 - 7. 鋳型の温度を測定するための温度検出手段と、
- 30 この温度検出手段によって測定した鋳型の温度に基づいて、加熱機構による加熱状態と、

冷却機構の熱交換領域の熱交換面積とを制御することで、シリコン融液の凝固速度を制御 する制御手段と、

を備える請求項1記載のシリコン鋳造装置。

5

- 8. 鋳型の内部に保持するシリコン融液に不活性ガスを吹き付ける不活性ガス吐出手段を 有し、不活性ガス吐出手段は、鋳型および加熱機構との距離が一定に維持された状態で配 設される請求項1記載のシリコン鋳造装置。
 - 9. 底板と、この底板の周縁から上方に立ち上げた側板とを備え、内部にシリコン融液を 保持するための鋳型と、

鋳型の上方に配設される加熱機構と、

10 鋳型の下方および側方に配設される冷却機構と、

> を具備し、加熱機構による加熱と冷却機構による冷却とによって、鋳型内のシリコン融液 に温度勾配を生じさせることで、当該シリコン融液を、鋳型の底板側から上方へ一方向凝 固させるためのシリコン鋳造装置であって、

鋳型と加熱機構とは、距離が一定に維持された状態で配設され、

15 冷却機構は、鋳型の底板の下面である底面を冷却するための底面冷却部材と、鋳型の側 板の外側面である側面を冷却するための側面冷却部材とを備え、

側面冷却部材は、鋳型の側面に対向して配設されて、当該側面と共に熱交換領域を構成 する受熱面を有すると共に、当該熱交換領域を、鋳型の高さ方向の下方から上方へ順に拡 大させるため、鋳型に対して相対移動されることを特徴とするシリコン鋳造装置。

- 10. 側面冷却部材は、鋳型の側面に構成される熱交換領域を、鋳型の高さ方向の下方か 20 ら上方へ順に拡大させるため、その受熱面を、鋳型の側面と直接に接触させた状態を維持 しながら、鋳型に対して、その下方から上方へ面方向に相対移動される請求項9記載のシ リコン鋳造装置。
- 11. 側面冷却部材は、鋳型の側面に対向する受熱面を、鋳型の高さ方向に複数に分割し 25 た分割受熱面を有する複数の冷却部分を備えると共に、各冷却部分は、鋳型の側面に構成 される熱交換領域を、鋳型の高さ方向の下方から上方へ順に拡大させるため、個別に、そ の分割受熱面を、側面に対して当接または接近させた状態と、離間させた状態との間で相 対移動される請求項9記載のシリコン鋳造装置。
 - 12. 底面冷却部材は、
- 30 (1) 鋳型の底面、または、

- (2) 鋳型が、その底面を、載置面に接触させた状態で載置される台座の、載置面以外の面、である放熱面に対向して配設されて、当該放熱面と共に熱交換領域を構成する受熱面を有すると共に、対向する放熱面と受熱面との間の熱交換面積を変化させるため、鋳型または台座に対して相対移動される請求項9記載のシリコン鋳造装置。
- 5 13. 底面冷却部材は、鋳型の底面に対向して配設されて、当該底面と共に熱交換領域を構成する受熱面を、鋳型の底面の中央部と周縁部とに分割した分割受熱面を有する複数の冷却部分を備えると共に、各冷却部分は、鋳型の底面に構成される熱交換領域を、底面の中央部から周縁部へ順に拡大させるため、個別に、その分割受熱面を、底面に対して当接または接近させた状態と、離間させた状態との間で相対移動される請求項12記載のシリコン鋳造装置。
 - 14. 鋳型の温度を測定するための温度検出手段と、

この温度検出手段によって測定した鋳型の温度に基づいて、加熱機構による加熱状態と、冷却機構の熱交換領域の熱交換面積とを制御することで、シリコン融液の凝固速度を制御する制御手段と、

15 を備える請求項9記載のシリコン鋳造装置。

30

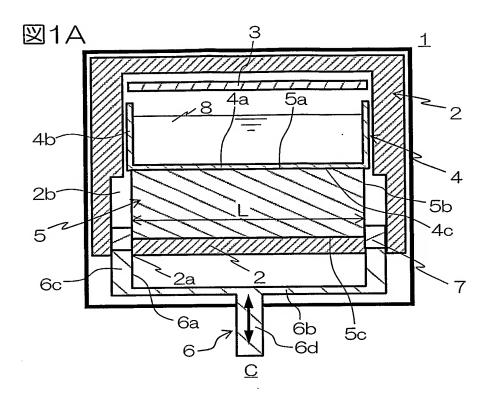
- 15. 鋳型の内部に保持するシリコン融液に不活性ガスを吹き付ける不活性ガス吐出手段を有し、不活性ガス吐出手段は、鋳型および加熱機構との距離が一定に維持された状態で配設される請求項9記載のシリコン鋳造装置。
- 16.請求項1~15のいずれかに記載のシリコン鋳造装置を用いて多結晶シリコンイン 20 ゴットを製造する方法であって、底板と、この底板の周縁から上方に立ち上げた側板とを 備える鋳型の内部にシリコン融液を保持させる工程と、鋳型の上方に配設される加熱機構 と鋳型との距離を一定に維持した状態で、鋳型の下方、または下方および側方に配設され る冷却機構による冷却に伴う、鋳型内部のシリコン融液の固液界面の上昇に応じて、鋳型 の底板側および側板側のうちの少なくとも一方の放熱面と、冷却機構の、上記放熱面と対 向する受熱面との間に構成される熱交換領域の熱交換面積を増加させながら、シリコン融 液を、鋳型の底板側から上方へ一方向凝固させることを特徴とする多結晶シリコンインゴ ットの製造方法。
 - 17. 温度検出手段によって測定した鋳型の温度に基づき、制御手段によって、加熱機構による加熱状態と、冷却機構の熱交換領域の熱交換面積とを制御しながら、シリコン融液を、鋳型の底板側から上方へ一方向凝固させる請求項16記載のシリコンインゴットの製

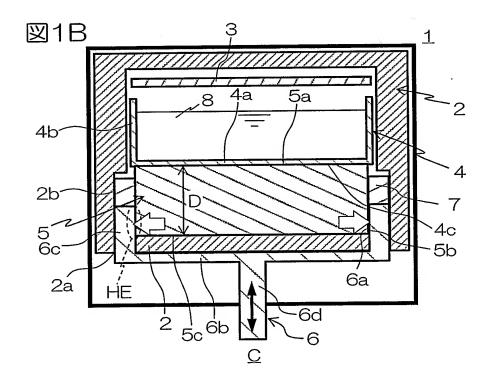
WO 2005/092791

造方法。

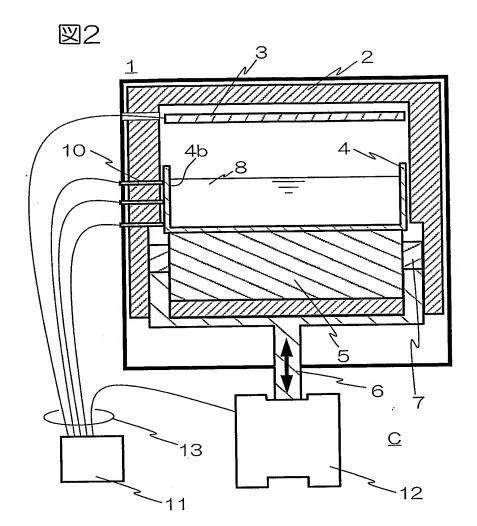
18. 不活性ガス吐出手段から、鋳型の内部に保持するシリコン融液に不活性ガスを吹き付けながら、シリコン融液を、鋳型の底板側から上方へ一方向凝固させる請求項16記載のシリコンインゴットの製造方法。

1/13

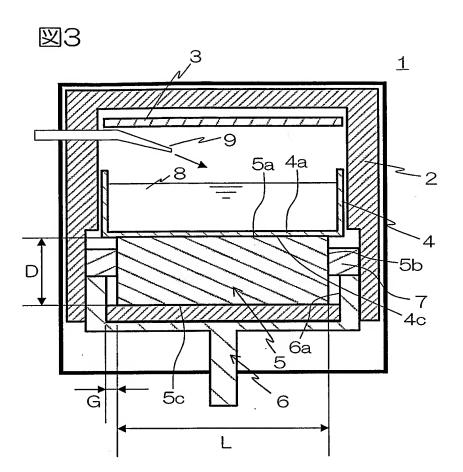




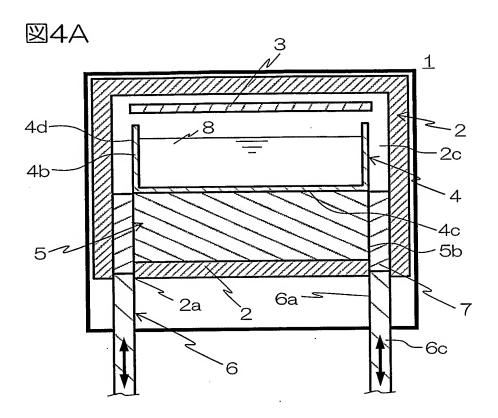
2/13

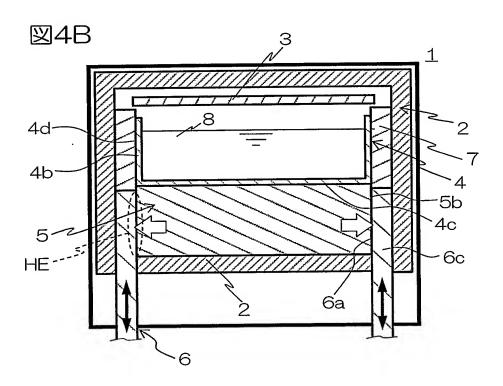




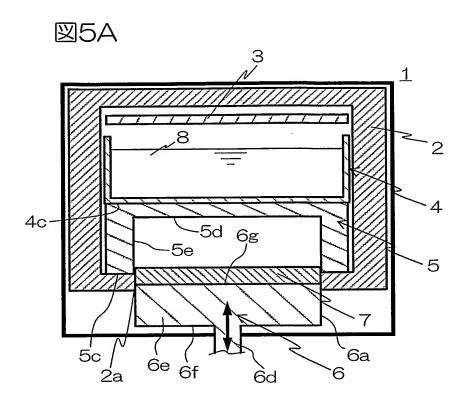


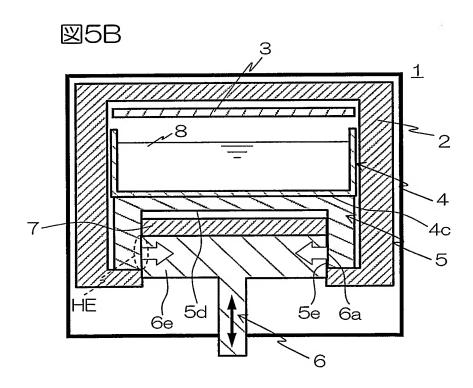
4/13

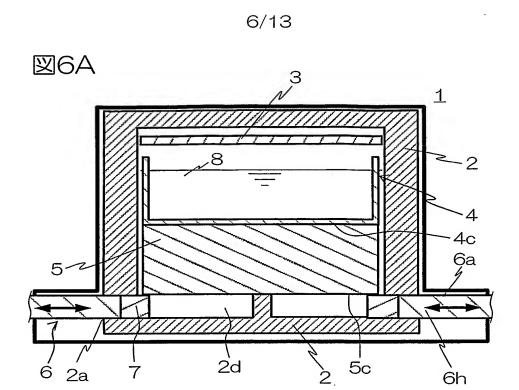


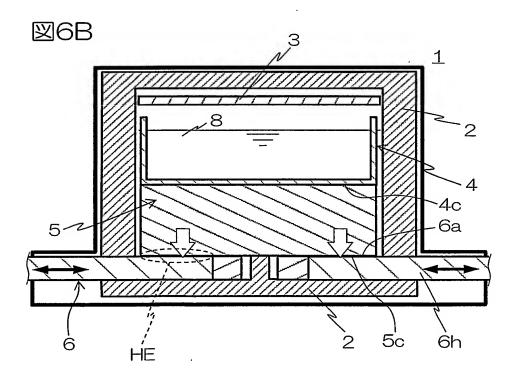


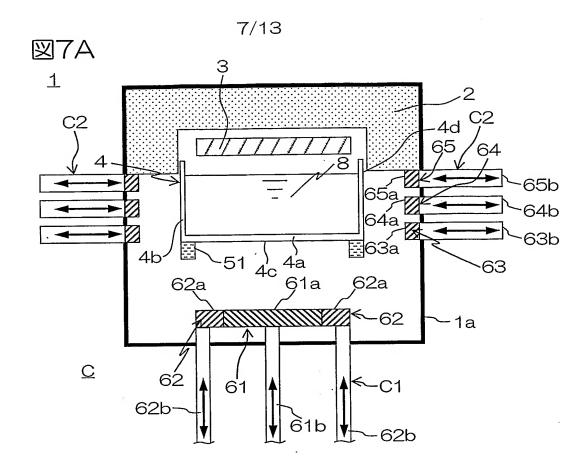
5/13

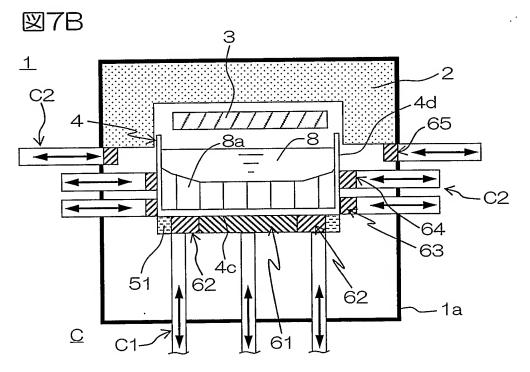


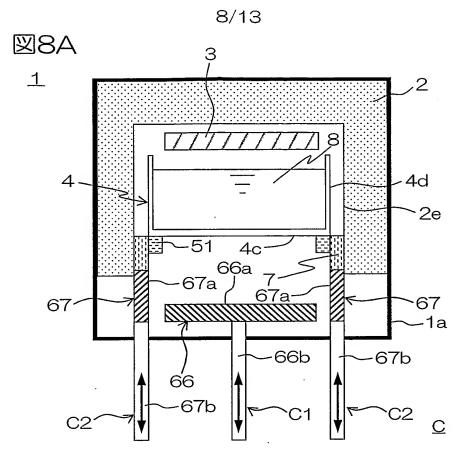


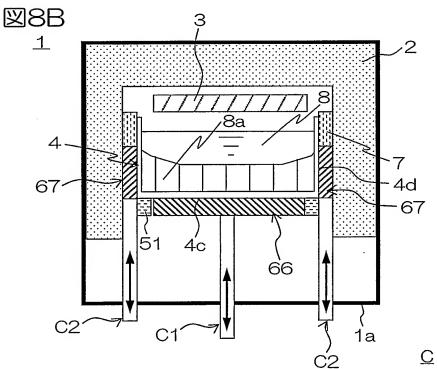


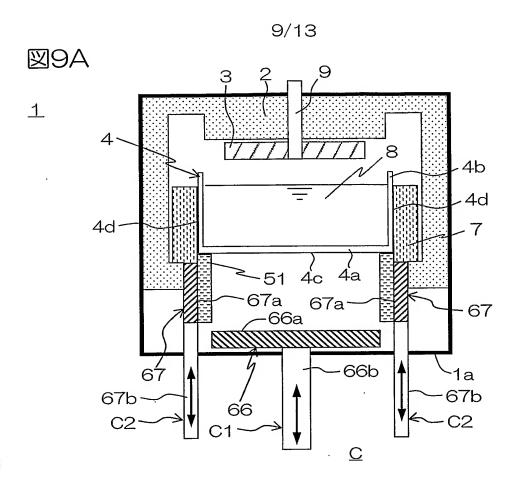


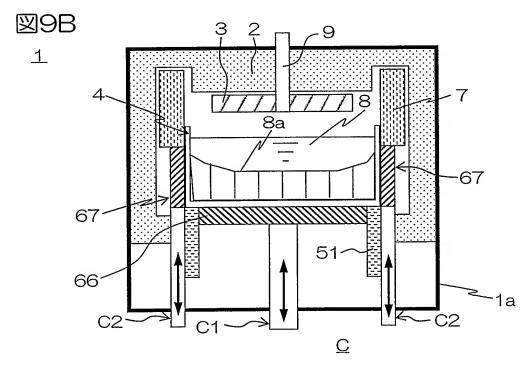






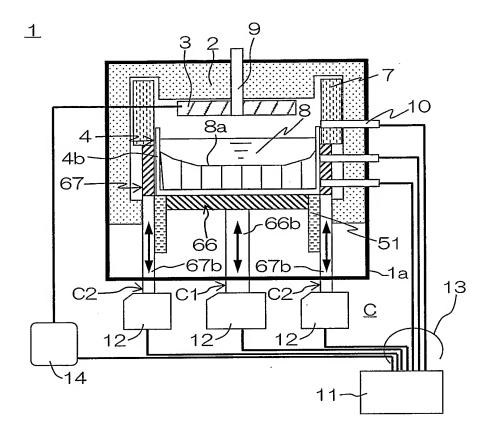


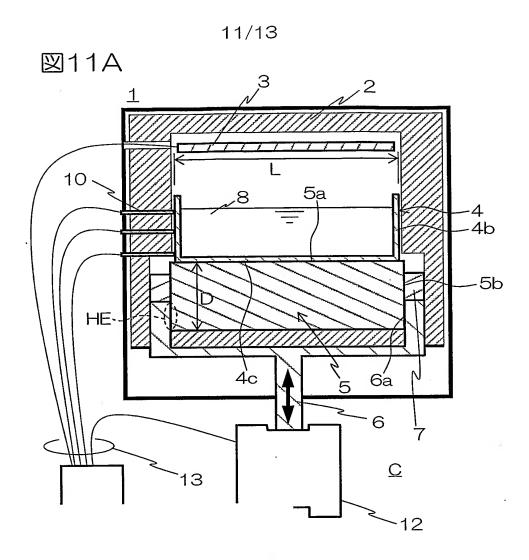


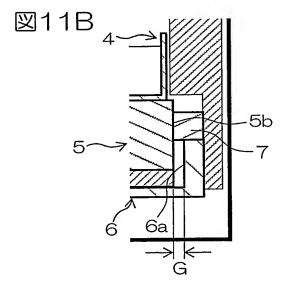


10/13

図10







12/13

図12A

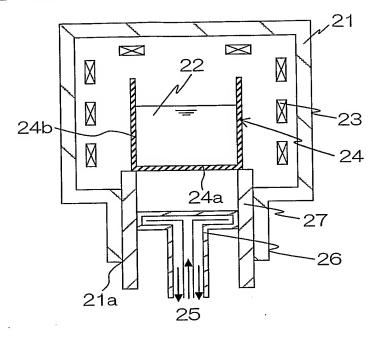
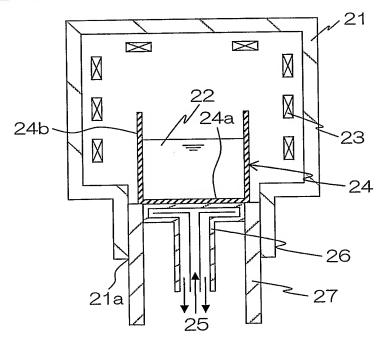
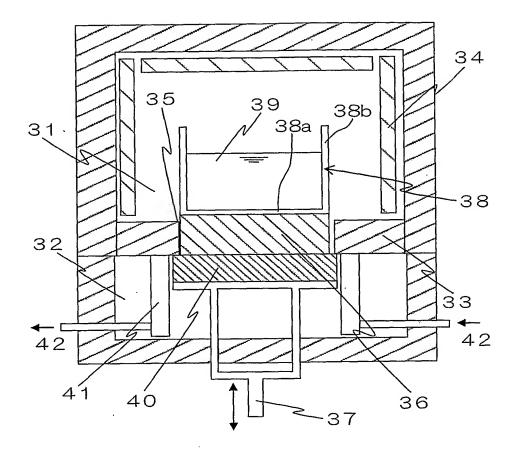


図12B



13/13

図13



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/006549

		101/012	009/000913					
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl ⁷ C01B33/02, H01L31/04								
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC								
B. FIELDS SEARCHED								
Minimum docur	nentation searched (classification system followed by cla	assification symbols)						
Int.Cl ⁷ C01B33/02, H01L31/04								
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched								
Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2005 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2005 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2005								
Electronic data l	pase consulted during the international search (name of c	lata base and, where practicable, search te	rms used)					
C. DOCUMEN	NTS CONSIDERED TO BE RELEVANT							
Category*	Citation of document, with indication, where ap	propriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.					
A	JP 9-71497 A (Sharp Corp.), 18 March, 1997 (18.03.97),		1-18					
	Claims; examples; Fig. 1 (Family: none)							
70	-	•	1 10					
A	JP 2002-293526 A (Sharp Corp 09 October, 2002 (09.10.02),	.,,	1-18					
	Claims; examples; Figs. 1 to (Family: none)	2						
7)	_		1 10					
A	JP 11-11924 A (Sharp Corp.), 19 January, 1999 (19.01.99),		1-18					
	Claims; examples; Fig. 1 & EP 887442 A & US	6136091 A						
		0130031 11						
Further do	ocuments are listed in the continuation of Box C.	See patent family annex.						
"A" document d	gories of cited documents: lefining the general state of the art which is not considered ticular relevance	"T" later document published after the inte date and not in conflict with the applic the principle or theory underlying the i	ation but cited to understand					
-	cation or patent but published on or after the international	"X" document of particular relevance; the considered novel or cannot be considered.	laimed invention cannot be					
"L" document v	which may throw doubts on priority claim(s) or which is ablish the publication date of another citation or other	step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the c						
	on (as specified) eferring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	considered to involve an inventive combined with one or more other such	step when the document is					
"P" document p	ublished prior to the international filing date but later than	being obvious to a person skilled in the						
the priority date claimed "&" document member of the same patent family								
	al completion of the international search	Date of mailing of the international sear	-					
13 Jun	e, 2005 (13.06.05)	28 June, 2005 (28.0	JO.U5)					
Name and mailing	ng address of the ISA/	Authorized officer						
Japanese Patent Office								
Facsimile No.		Telephone No.						

発明の属する分野の分類(国際特許分類(IPC)) Int.Cl.7 C01B33/02, H01L31/04

調査を行った分野

調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC))

Int.Cl.7 C01B33/02, H01L31/04

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報

1922-1996年

日本国公開実用新案公報 日本国実用新案登録公報

1971-2005年 1996-2005年

日本国登録実用新案公報

1994-2005年

国際調査で使用した電子データベース(データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献							
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号					
A	JP 9-71497 A (シャープ株式会社) 1997.03.18, 特許請求の範囲,実施例,図1 (ファミリーなし)	1–18					
A	JP 2002-293526 A(シャープ株式会社)2002.10.09,特許請求の範囲,実施例,図 1-2(ファミリーなし)	1–18					
A	JP 11-11924 A(シャープ株式会社)1999.01.19, 特許請求の範囲, 実施例,図1 & EP 887442 A & US 6136091 A	1–18					

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

- 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示す 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって
- 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日 以後に公表されたもの
- 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行 日若しくは他の特別な理由を確立するために引用す る文献(理由を付す)
- 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

- 出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論 の理解のために引用するもの
- 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明 の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以 上の文献との、当業者にとって自明である組合せに よって進歩性がないと考えられるもの
- 「&」同一パテントファミリー文献

28.6.2005 国際調査報告の発送日 国際調査を完了した日 13, 06, 2005 9343 特許庁審査官(権限のある職員) 4 G 国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 大工原 大二 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号 電話番号 03-3581-1101 内線 3416